

**ELECTROPHOTOGRAPHIC SENSITIVE BODY**

Patent Number: JP5080550  
Publication date: 1993-04-02  
Inventor(s): MISHIMA MASAYUKI; others: 03  
Applicant(s): KAO CORP  
Requested Patent: ☐ JP5080550  
Application Number: JP19910243125 19910924  
Priority Number(s):  
IPC Classification: G03G5/06  
EC Classification:  
Equivalents:

**Abstract**

**PURPOSE:**To obtain an electrophotographic sensitive body having high sensitivity and high durability.  
**CONSTITUTION:**This electrophotographic sensitive body contains a triarylamine compd. in the photosensitive layer formed on the electric conductive substrate. The triarylamine compd. has one or more triarylamine skeletons represented by the formula (where each of Ar1-Ar3 is optionally substd. aryl and Ar1-Ar3 may be different from each other) and an alkylencarboxylic ester group represented by a formula  $-(CH_2)_m-COOR$  [where R is optionally substd. alkyl, aralkyl or aryl and (m) is an integer of 1-6] has been substd. for at least one of the aryl groups.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-80550

(43)公開日 平成5年(1993)4月2日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

G 0 3 G 5/06

識別記号

3 1 2

庁内整理番号

8305-2H

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数5(全 62 頁)

(21)出願番号 特願平3-243125

(22)出願日 平成3年(1991)9月24日

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 三島 雅之

和歌山市西浜1450

(72)発明者 山崎 晴正

和歌山市松ヶ丘1丁目7-19

(72)発明者 富樫 博靖

和歌山市西浜1450

(72)発明者 青木 克敏

和歌山市西浜1130

(74)代理人 弁理士 古谷 馨 (外3名)

(54)【発明の名称】 電子写真感光体

(57)【要約】

【目的】 高感度、高耐久性の電子写真感光体を提供する。

【構成】 導電性支持体上に設けた感光層中に、一般式(1)

【化1】



(1)

(式中、Ar<sub>1</sub>、Ar<sub>2</sub>、Ar<sub>3</sub>は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表す。)で示されるトリアリールアミン骨格を1個又は2個以上有し、かつ該アリール基の少なくとも1つが式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$  は置換されていてもよいアルキル基、アラルキル基又はアリール基を表し、mは1以上6以下の整数を表す。)で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されたトリアリールアミン系化合物を含む電子写真感光体。

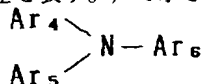
## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 導電性支持体上に設けた感光層中に、一般式(1)

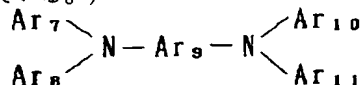
【化1】



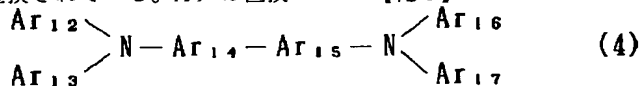
(式中、 $\text{Ar}_1$ 、 $\text{Ar}_2$ 、 $\text{Ar}_3$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表す。) で示されるト



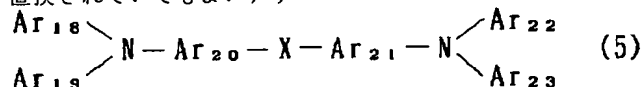
(式中、 $\text{Ar}_4$ 、 $\text{Ar}_5$ 、 $\text{Ar}_6$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表し、かつ該アリール基の少なくとも1つは式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$  ( $\text{R}$  及び  $m$  は前記と同様の意味を表す。) で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されている。)



(式中、 $\text{Ar}_7$ 、 $\text{Ar}_8$ 、 $\text{Ar}_{10}$ 、 $\text{Ar}_{11}$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表し、かつ該アリール基の少なくとも1つは式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$  ( $\text{R}$  及び  $m$  は前記と同様の意味を表す。) で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されている。 $\text{Ar}_9$  は置換



(式中、 $\text{Ar}_{12}$ 、 $\text{Ar}_{13}$ 、 $\text{Ar}_{16}$ 、 $\text{Ar}_{17}$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表し、かつ該アリール基の少なくとも1つは式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$  ( $\text{R}$  及び  $m$  は前記と同様の意味を表す。) で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されている。 $\text{Ar}_{14}$ 、 $\text{Ar}_{15}$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリ



(式中、 $\text{Ar}_{18}$ 、 $\text{Ar}_{19}$ 、 $\text{Ar}_{22}$ 、 $\text{Ar}_{23}$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表し、かつ該アリール基の少なくとも1つは式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$  ( $\text{R}$  及び  $m$  は前記と同様の意味を表す。) で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されている。 $\text{Ar}_{20}$ 、 $\text{Ar}_{21}$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリーレン基を表す。 $\text{X}$  は酸素原子、硫黄原子、 $-\text{CH}_2-$  又は  $-\text{CH}=\text{CH}-$  を表す。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

リアリールアミン骨格を1個又は2個以上有し、かつ該アリール基の少なくとも1つが式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$  ( $\text{R}$  は置換されていてもよいアルキル基、アラルキル基又はアリール基を表し、 $m$  は1以上6以下の整数を表す。) で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されたトリアリールアミン系化合物を含むことを特徴とする電子写真感光体。

【請求項2】 トリアリールアミン系化合物が、一般式(2) で示される化合物である請求項1記載の電子写真感光体。

【化2】

(2)

【請求項3】 トリアリールアミン系化合物が、一般式(3) で示される化合物である請求項1記載の電子写真感光体。

【化3】

(3)

されていてもよいアリーレン基を表す。)

【請求項4】 トリアリールアミン系化合物が、一般式(4) で示される化合物である請求項1記載の電子写真感光体。

【化4】

(4)

ーレン基を表す。)

【請求項5】 トリアリールアミン系化合物が、一般式(5) で示される化合物である請求項1記載の電子写真感光体。

【化5】

(5)

【産業上の利用分野】 本発明は電子写真感光体に関するものである。更に詳しくは特定のトリアリールアミン系化合物を含む高感度、高耐久性の電子写真感光体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、電子写真方式を用いた複写機、プリンターの発展は目覚ましく、用途に応じて様々な形態、種類、機能の機種が開発され、それに対応してそれらに用いられる感光体も多種多様のものが開発されつつある。従来、電子写真感光体としては、その感度、耐久

性の面から無機化合物が主として用いられてきた。例えば酸化亜鉛、硫化カドミウム、セレン等を挙げることができる。しかしながら、これらは有害物質を使用している場合が多く、その廃棄が問題となり、公害をもたらす原因となる。また、感度が良好なセレンを用いる場合、蒸着法等により導電性基体上に薄膜を形成する必要があり、生産性が劣り、コストアップの原因となる。近年、無公害性の無機感光体としてアモルファスシリコンが注目され、その研究開発が進められている。しかしながら、これらも感度については優れているが、薄膜形成時において、主にプラズマCVD法を用いるため、その生産性は極めて劣っており、感光体コスト、ランニングコストとも大きなものとなっている。

【0003】一方、有機感光体は、焼却が可能であり、無公害の利点を有し、更に多くのものは塗工により薄膜形成が可能で大量生産が容易である。それ故にコストが大幅に低減でき、また用途に応じて様々な形状に加工することができるという長所を有している。しかしながら、有機感光体においては、その感度、耐久性に問題が残されており、高感度、高耐久性の有機感光体の出現が強く望まれている。有機感光体の感度向上の手段として様々な方法が提案されているが、現在では電荷発生層と電荷輸送層とに機能が分離した主に二層構造の機能分離型感光体が主流となっている。例えば、露光により電荷発生層で発生した電荷は、電荷輸送層に注入され、電荷輸送層中を通して表面に輸送され、表面電荷を中和することにより感光体表面に静電潜像が形成される。機能分離型は単層型に比して発生した電荷が捕獲される可能性が小さくなり、各層がそれぞれの機能を阻害されることなく、効率よく電荷が感光体表面に輸送され得る（アメリカ特許第2803541号）。電荷発生層に用いられる有機電荷発生材としては、照射される光のエネルギーを吸収し、効率よく電荷を発生する化合物が選択使用されており、例えば、アゾ顔料（特開昭54-14967号公報）、無金属フタロシアニン顔料（特開昭60-19146号公報）、金属フタロシアニン顔料（特開昭57-146255号公報）、スクエアリウム塩（特開昭63-113462号公報）等を挙げることができる。電荷輸送層に用いられる電荷輸送材としては電荷発生層からの電荷の注入効率が大きく、更に電荷輸送層内での電荷の移動度が大きくある化合物を選定する必要がある。そのためには、イオン化ポテンシャルが小さい化合物、カチオンラジカルが発生し易い化合物が選ばれ、例えば、トリアリールアミン誘導体（特開昭58-123542号公報）、ヒドラゾン誘導体（特開昭57-101844号公報）、オキサジアゾール誘導体（特公昭34-5466号公報）、ピラゾリン誘導体（特公昭52-4188号公報）、スチルベン誘導体（特開昭58-198043号公報）、トリフェニルメタン誘導体（特公昭45-555号公報）、1,3-ブタジエン誘導体（特開昭62-287257号公報）等が提案されている。

#### 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前記のごとくこれら有機感光体は無機感光体に比較すると、感度、耐久性の点においてまだまだ満足できるものではない。感度は、電荷発生層での電荷発生効率、電荷発生層から電荷輸送層への電荷注入効率、そして電荷輸送層での電荷移動度により支配される。そこで、電荷発生効率の高い電荷発生材及び電荷移動度の大きい電荷輸送材の開発が盛んに行われている。それに対し、注入効率についてはほとんど検討改良されていないのが実状である。この注入効率は高電場域で高くても50%、低電場域では10%以下であり、この注入効率を高くすることにより、さらに一層の高感度化が可能と考えられる。一般に電荷発生層から電荷輸送層へ正孔を効率よく注入するためには、電荷輸送材のイオン化ポテンシャルを電荷発生材のそれよりも小さくしてエネルギー障壁を無くす必要がある。しかしながら、この条件が満足されている場合でも、注入効率が低い場合が多い。その原因として、一つは電荷輸送層に用いられる電荷輸送材又は結着剤の部分的な微結晶が障壁になることが考えられる。また一つは、電荷発生層と電荷輸送層の界面欠陥による障壁が挙げられる。これらは、電荷発生層と電荷輸送層の密着性、接着性の悪さ、塗工後の乾燥時に生じるモルホロジー的な欠陥、使用時における物理的な刺激（トナー、紙、クリーニングブレードとの接触）や電場による刺激による結晶化等が原因として考えられる。

【0005】これらを解決する方法としては、より結晶性が低く相溶性の優れた電荷輸送材、結着剤の使用や接着性、密着性の優れた電荷輸送材、結着剤の選択が考えられる。しかしながら、今までそのような目的で開発された材料は、特殊なポリカーボネート結着剤を除いて、ほとんどない。また、耐久性の問題においても同様の原因が考えられる。すなわち、電荷発生層と電荷輸送層の界面に何らかの障壁が存在すると、そこに空間電荷が蓄積し、残留電位の上昇や、感光体表面電位の不安定化を引き起こすことになる。またこの空間電荷の蓄積により、電荷輸送材の劣化を招き、連続使用に耐え得ないものとなる。この空間電荷を解消する方法として、上記と同じ手段が有効と考えられる。本発明の目的は、まさにこの点にあり、かかる課題を解消するものとして高感度、高耐久性の電子写真感光体を提供することにある。

#### 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記課題を解決すべく鋭意研究の結果、電荷輸送材として、特定のアルキレンカルボン酸エステル基を有するトリアリールアミン系化合物が結晶性が低く、結着剤との相溶性に優れており、また、これを用いた電荷輸送層は電荷発生層との接着性がよいことを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち本発明は、導電性支持体上に設けた感光層中に、一般式(1)

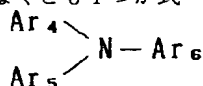
【0007】

【化6】

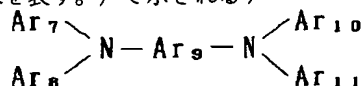


(1)

【0008】(式中、 $\text{Ar}_1$ ,  $\text{Ar}_2$ ,  $\text{Ar}_3$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表す。)で示されるトリアリールアミン骨格を1個又は2個以上有し、かつ該アリール基の少なくとも1つが式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$

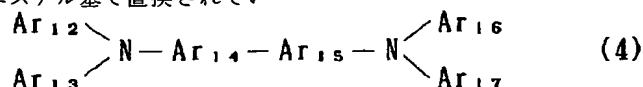


【0010】(式中、 $\text{Ar}_4$ ,  $\text{Ar}_5$ ,  $\text{Ar}_6$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表し、かつ該アリール基の少なくとも1つは式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$  ( $\text{R}$  及び  $m$  は前記と同様の意味を表す。)で示されるア



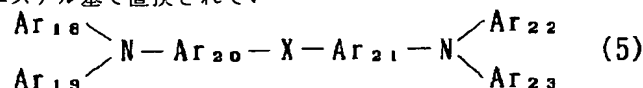
(2)

【0012】(式中、 $\text{Ar}_7$ ,  $\text{Ar}_8$ ,  $\text{Ar}_{10}$ ,  $\text{Ar}_{11}$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表し、かつ該アリール基の少なくとも1つは式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$  ( $\text{R}$  及び  $m$  は前記と同様の意味を表す。)で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されてい



(4)

【0014】(式中、 $\text{Ar}_{12}$ ,  $\text{Ar}_{13}$ ,  $\text{Ar}_{16}$ ,  $\text{Ar}_{17}$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表し、かつ該アリール基の少なくとも1つは式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$  ( $\text{R}$  及び  $m$  は前記と同様の意味を表す。)で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されてい



(5)

【0016】(式中、 $\text{Ar}_{18}$ ,  $\text{Ar}_{19}$ ,  $\text{Ar}_{22}$ ,  $\text{Ar}_{23}$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表し、かつ該アリール基の少なくとも1つは式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$  ( $\text{R}$  及び  $m$  は前記と同様の意味を表す。)で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されている。 $\text{Ar}_{20}$ ,  $\text{Ar}_{21}$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリーレン基を表す。 $\text{X}$ は酸素原子、硫黄原子、 $-\text{CH}_2-$ 又は $-\text{CH}=\text{CH}-$ を表す。)前記一般式(1)~(5)において、 $\text{Ar}_1$ ,  $\text{Ar}_2$ ,  $\text{Ar}_3$ ,  $\text{Ar}_4$ ,  $\text{Ar}_5$ ,  $\text{Ar}_6$ ,  $\text{Ar}_7$ ,  $\text{Ar}_8$ ,  $\text{Ar}_{10}$ ,  $\text{Ar}_{11}$ ,  $\text{Ar}_{12}$ ,  $\text{Ar}_{13}$ ,  $\text{Ar}_{16}$ ,  $\text{Ar}_{17}$ ,  $\text{Ar}_{18}$ ,  $\text{Ar}_{19}$ ,  $\text{Ar}_{22}$ ,  $\text{Ar}_{23}$  は同一もしくは相異なって、置換されてもよいアリール基を示すが、アリール基としてはフェニ

$\text{H})_m-\text{COOR}$  ( $\text{R}$  は置換されていてもよいアルキル基、アラルキル基又はアリール基を表し、 $m$  は1以上6以下の整数を表す。)で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されたトリアリールアミン系化合物を含むことを特徴とする電子写真感光体を提供するものである。本発明で用いられるトリアリールアミン系化合物としては、下記一般式(2)~(5)で示される化合物が挙げられる。

【0009】

【化7】

ルキレンカルボン酸エステル基で置換されている。)

【0011】

【化8】

る。 $\text{Ar}_9$  は置換されていてもよいアリーレン基を表す。)

【0013】

【化9】

る。 $\text{Ar}_{14}$ ,  $\text{Ar}_{15}$  は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリーレン基を表す。)

【0015】

【化10】

ル、ナフチル、アンスラニル等の基が例示され、好ましくはフェニル基、ナフチル基である。アリール基は置換されていてもよいが、置換基としては通常、アルキル基、アルコキシ基等が挙げられ、メチル基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基が好ましい。また一分子中の少なくとも1つのアリール基は式  $-(\text{CH}_2)_m-\text{COOR}$  ( $\text{R}$  及び  $m$  は前記と同様の意味を表す。)で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されているが、好ましくは一分子中の1個のアリール基が上記アルキレンカルボン酸エステル基で置換されている。 $\text{R}$  は置換されていてもよいアルキル基、アラルキル基又はアリール基を示すが、アルキル基としては、炭素数1~8の直鎖もしくは

分岐のアルキル基が好ましく、具体的にはメチル、エチル、*n*-プロピル、イソプロピル、*n*-ブチル、イソブチル、*t*-ブチル、*n*-ペンチル、*n*-ヘキシル、*n*-ヘプチル、*n*-オクチル等の基が挙げられ、好ましくはメチル、エチル、*n*-プロピル、イソプロピル、*n*-ブチル基である。このアルキル基は置換されていてもよいが、置換基としては通常、アルコキシ基が挙げられ、好ましくは、メトキシ基、エトキシ基である。R がアラルキル基である場合、アリール基部分が無置換もしくはアルキル基、アルコキシ基等で置換されたフェニル、ナフチル、アンスラニル等の基が挙げられ、アルキレン部分としては、炭素数 1~4 のものが挙げられ、好ましくはメチレンである。具体的にはベンジル、*p*-メチルベンジル、*m*-メチルベンジル等の基が挙げられる。R がアリール基である場合には、無置換もしくはアルキル基、アルコキシ基等で置換されたフェニル、ナフチル、アンスラニル等の基が挙げられ、好ましくはフェニル基である。m は 1 以上 6 以下の整数であるが、好ましくは 1 である。Ar<sup>9</sup>, Ar<sup>14</sup>, Ar<sup>15</sup>, Ar<sup>20</sup>, Ar<sup>21</sup> は同一もしくは相異なって、置換されてもよいアリーレン基を示すが、アリーレン基としてはフェニレン基、ナフチレン基、アン

スラニレン基等が例示され、好ましくはフェニレン基、ナフチレン基である。置換基としては通常、アルキル基、アルコキシ基等が挙げられ、メチル基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基が好ましい。

【0017】本発明で用いられるトリアリーールアミン系化合物は公知の方法で合成することができる。例えば、まずハロゲノメチルトリアリーールアミン系化合物をグリニャール化し、二酸化炭素と反応せしめてメチレンカルボン酸（酢酸）誘導体とする。その後、対応するアルコールと反応せしめエステル化すればよい。以上のようにして得られる本発明にかかわるトリアリーールアミン系化合物は、結晶性が低く、また溶剤、結着剤との相溶性は非常に優れたものである。さらに、 $-(CH_2)_m-COOR$  で置換されていないトリアリーールアミン系化合物と比較してその電荷移動度はほとんど変わりなく大きいものである。そのために、高感度、高耐久性の電子写真感光体を与えるものである。以下、本発明に用いられるトリアリーールアミン系化合物を具体的に例示するが（化合物(6)~(233)）、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0018】

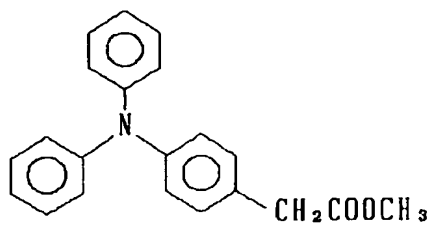
【化11】

(6)

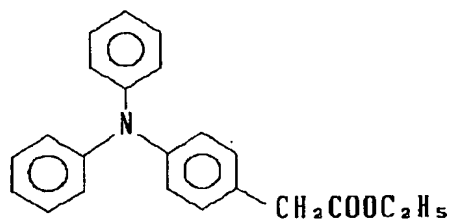
特開平 5 - 8 0 5 5 0

9

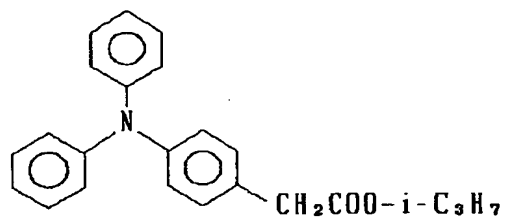
10



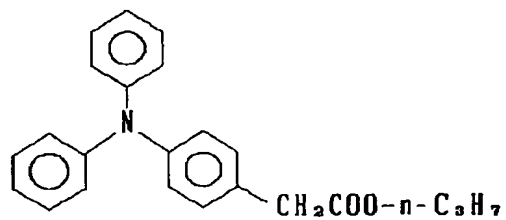
(6)



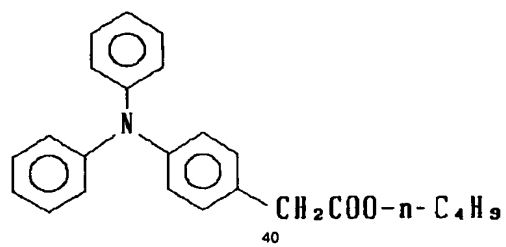
(7)



(8)



(9)



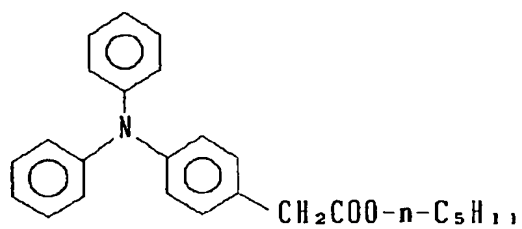
(10)

【 0 0 1 9 】

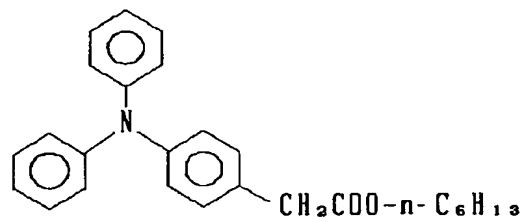
【 化 1 2 】

11

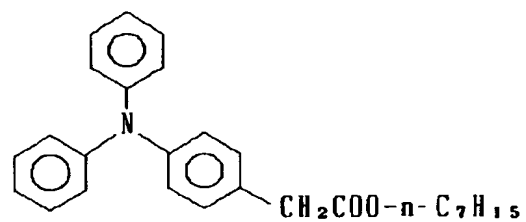
12



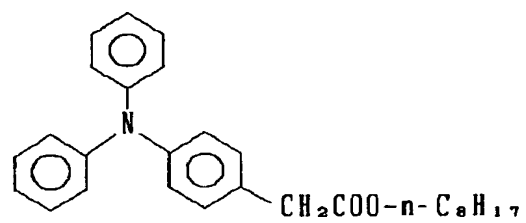
(11)



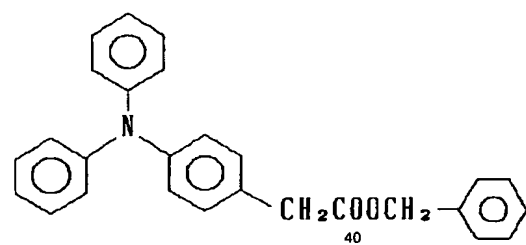
(12)



(13)



(14)



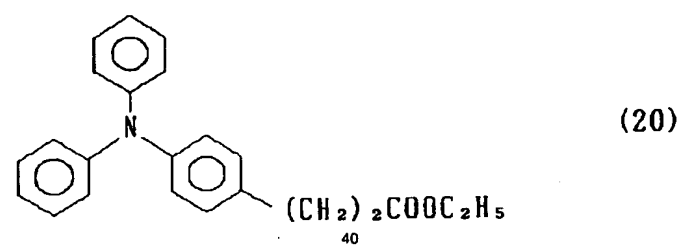
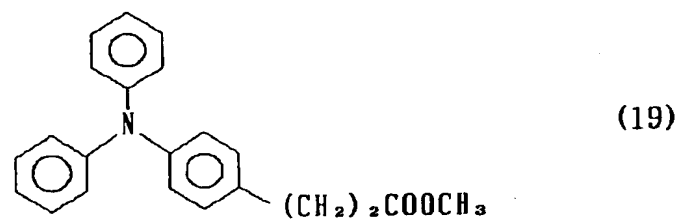
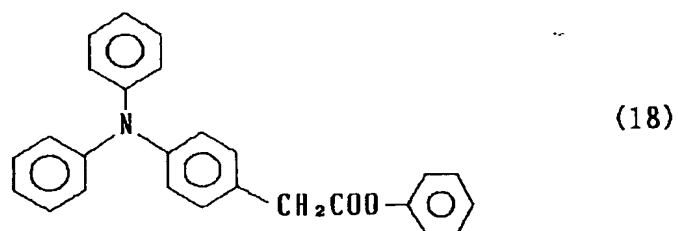
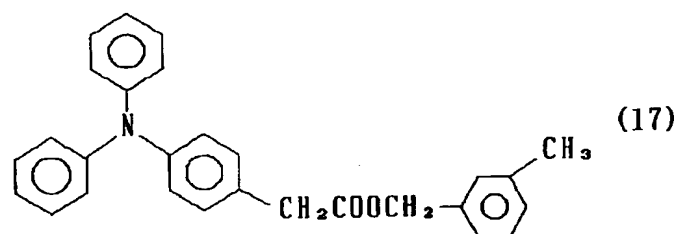
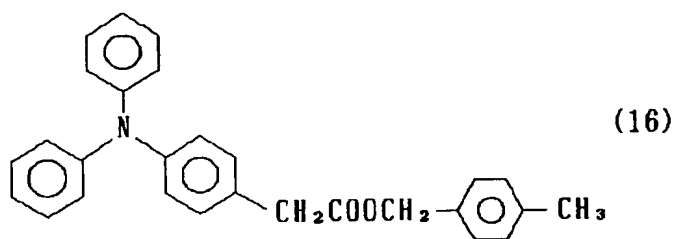
(15)

【 0 0 2 0 】

【 化 1 3 】

13

14

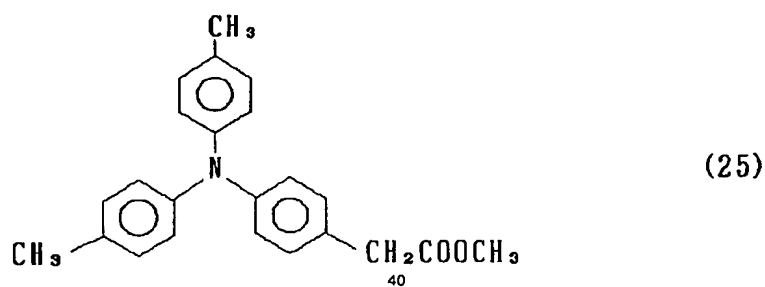
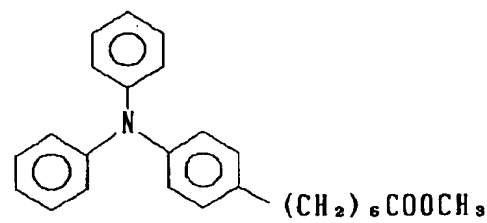
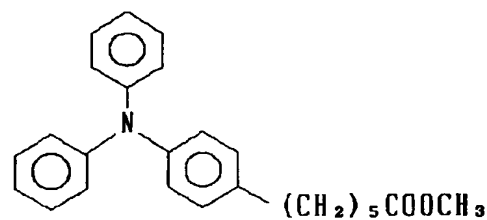
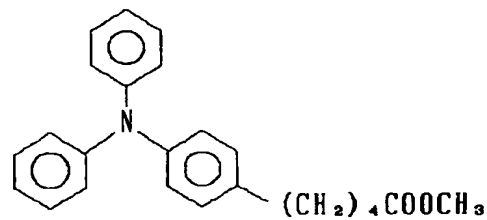
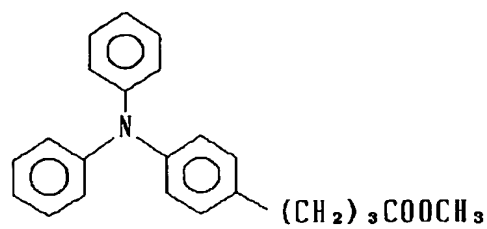


【0021】

【化14】

15

16

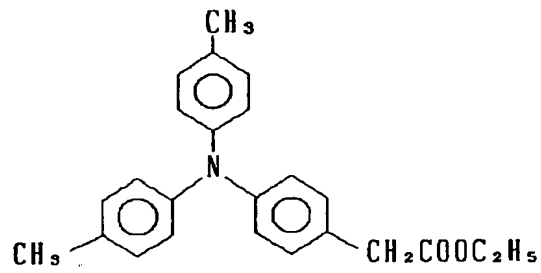


【 0 0 2 2 】

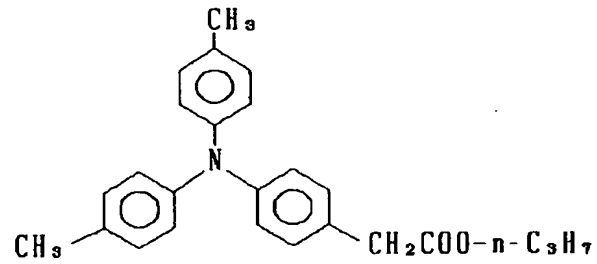
【 化 1 5 】

17

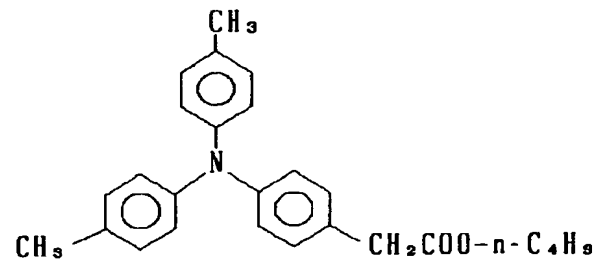
18



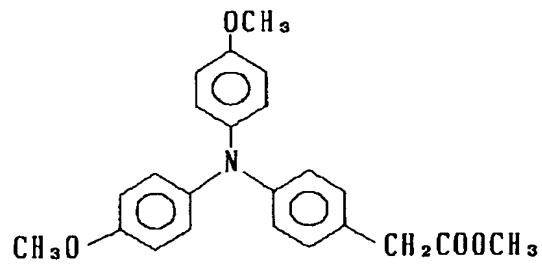
(26)



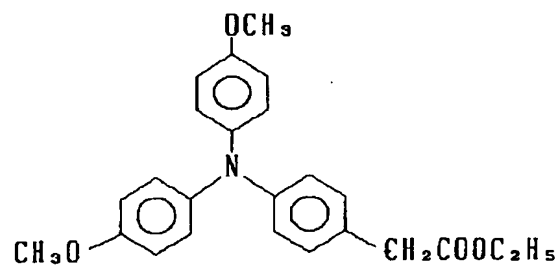
(27)



(28)



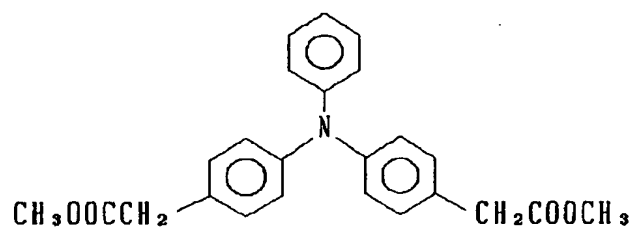
(29)



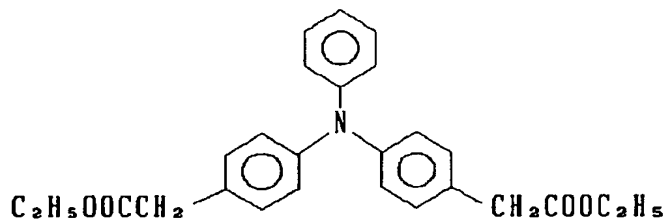
(30)

【 0 0 2 3 】

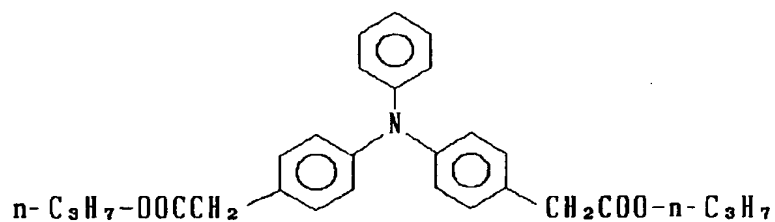
【 化 1 6 】



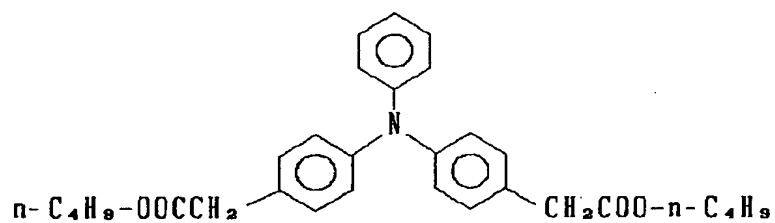
(31)



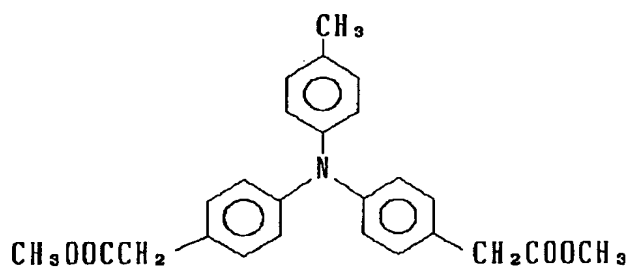
(32)



(33)



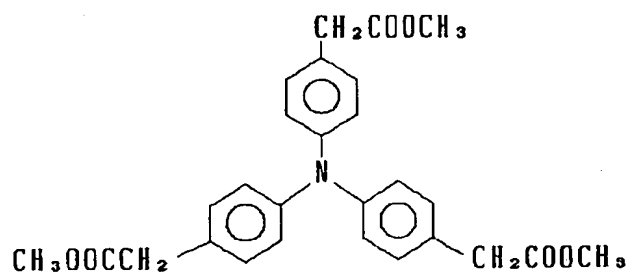
(34)



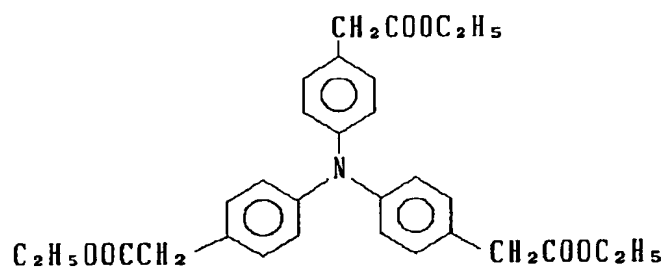
(35)

【 0 0 2 4 】

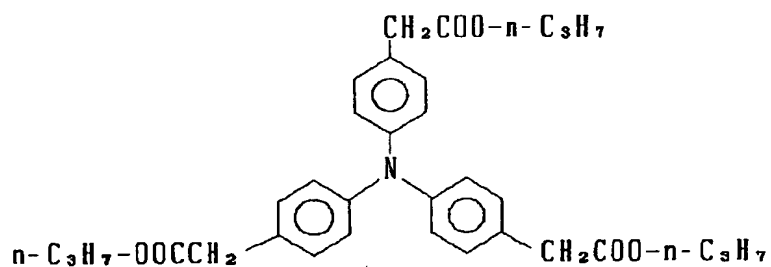
【 化 1 7 】



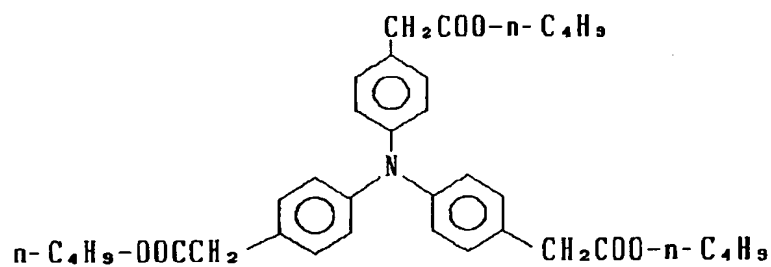
(36)



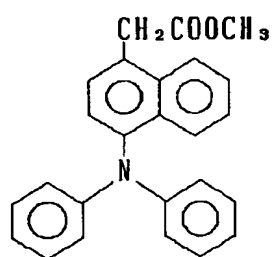
(37)



(38)



(39)



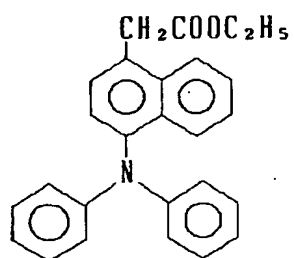
(40)

【0025】

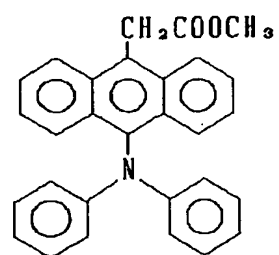
【化18】

23

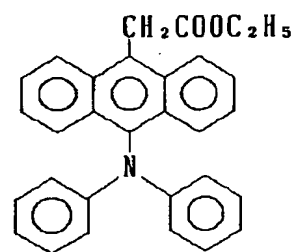
24



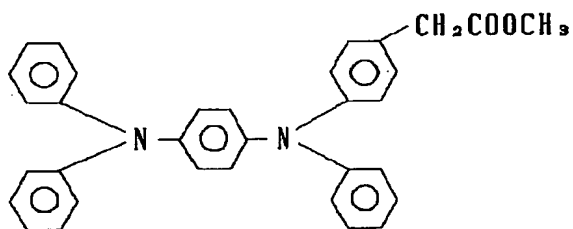
(41)



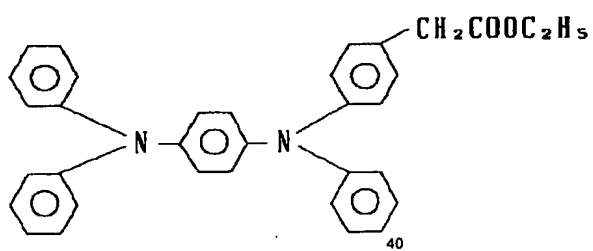
(42)



(43)



(44)



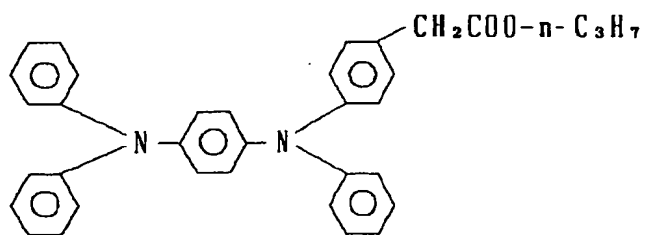
(45)

【0026】

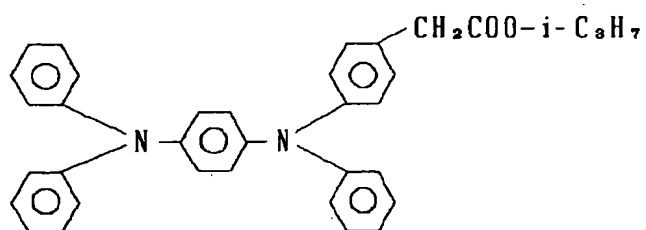
【化19】

25

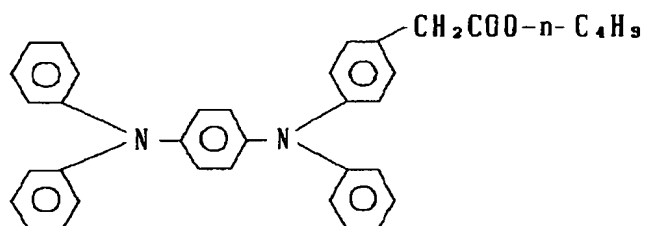
26



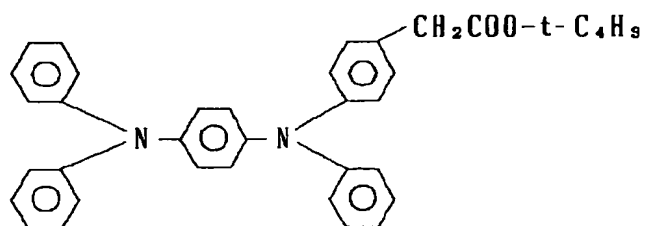
(46)



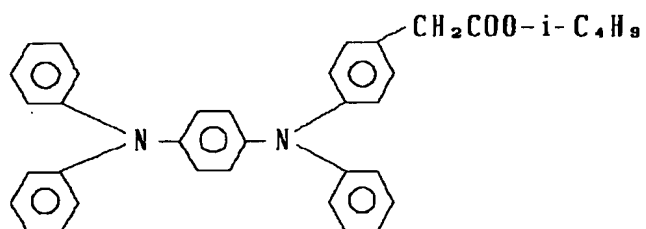
(47)



(48)



(49)



(50)

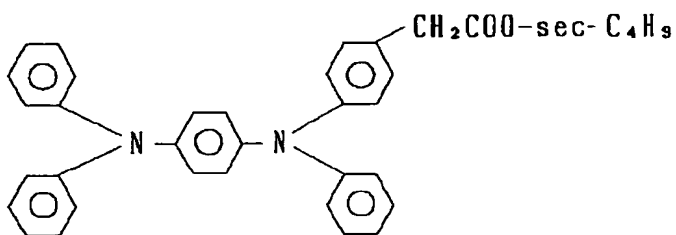
【 0 0 2 7 】

40

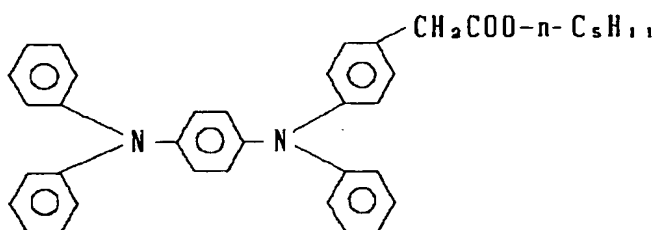
【 化 2 0 】

27

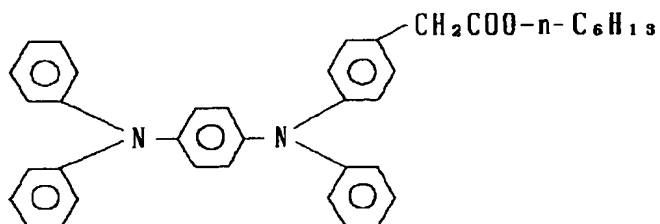
28



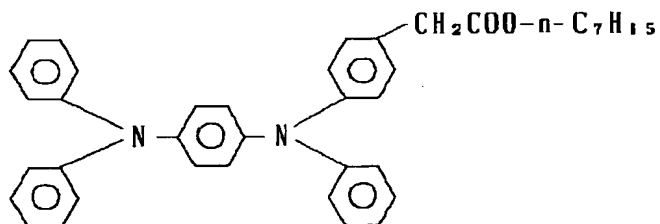
(51)



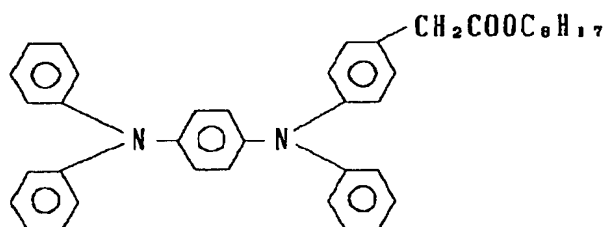
(52)



(53)



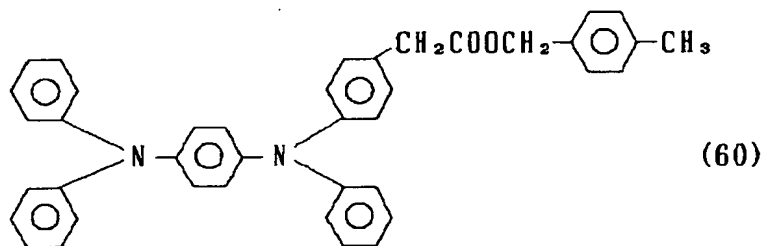
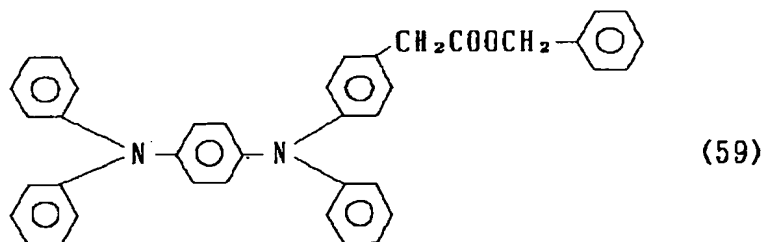
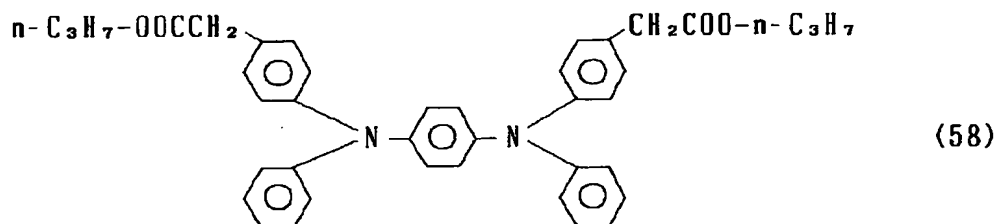
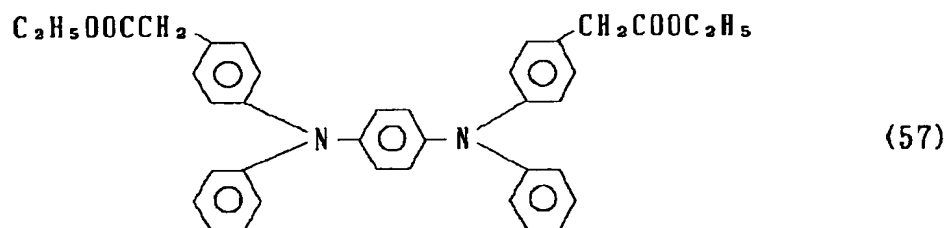
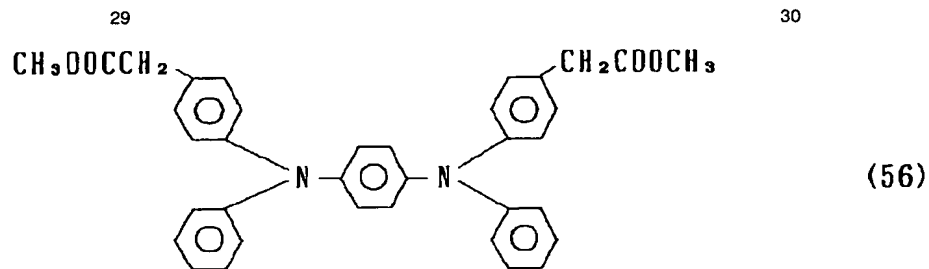
(54)



(55)

【 0 0 2 8 】

40 【化 2 1】

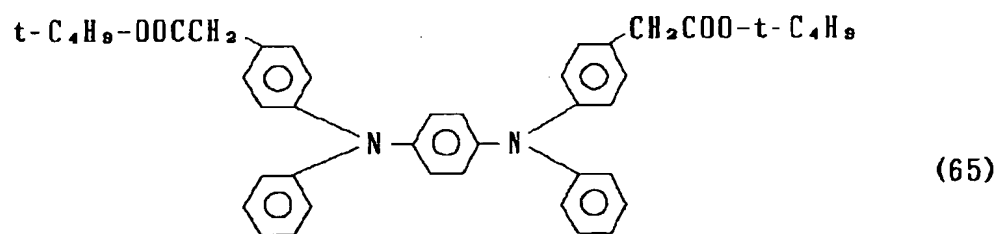
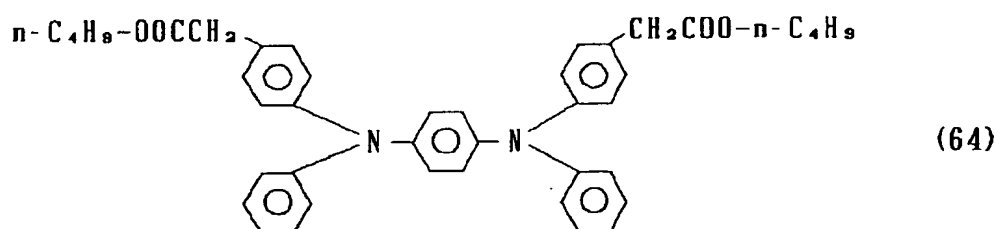
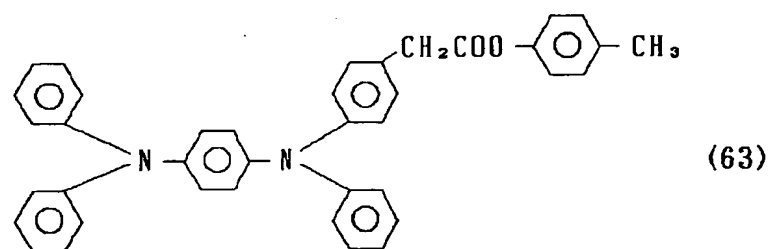
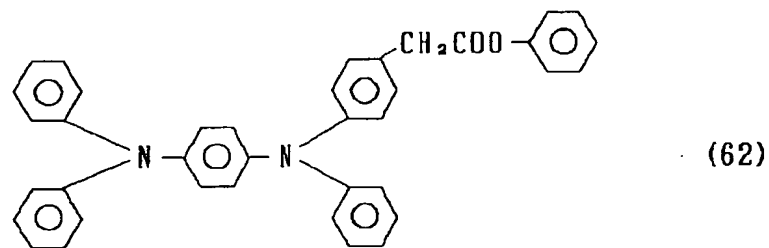
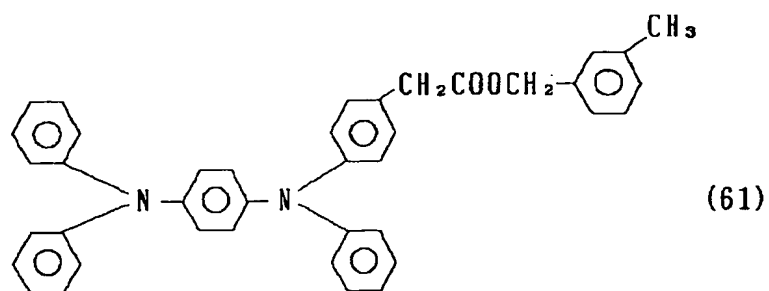


【 0 0 2 9 】

40 【化 2 2】

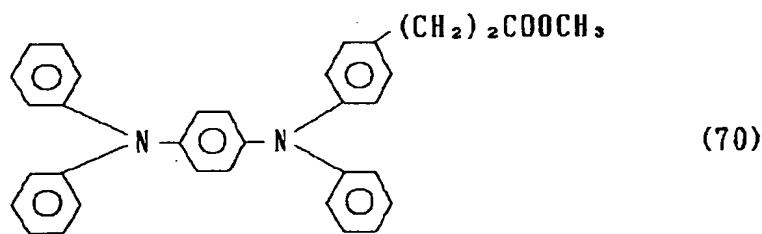
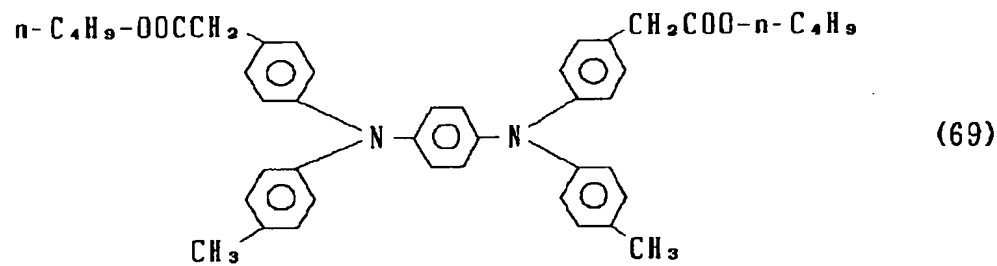
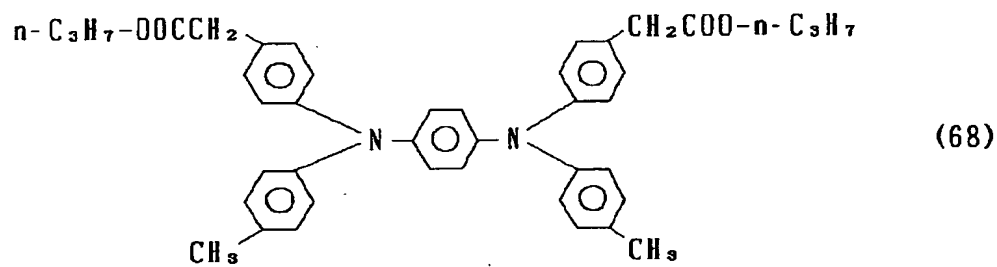
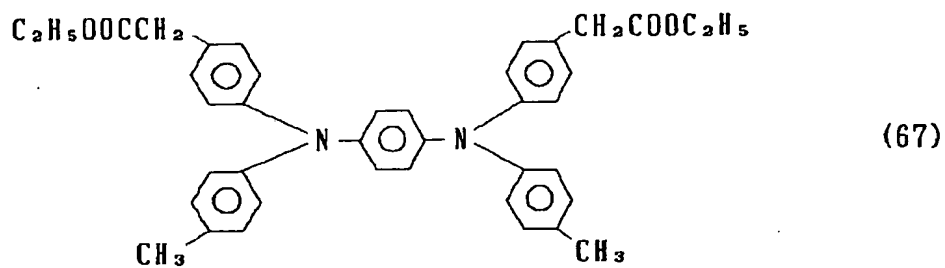
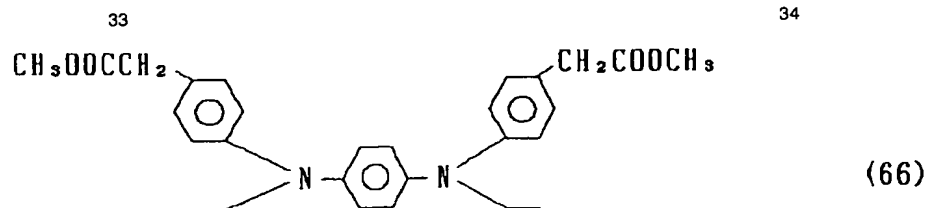
31

32



【0030】

【化23】

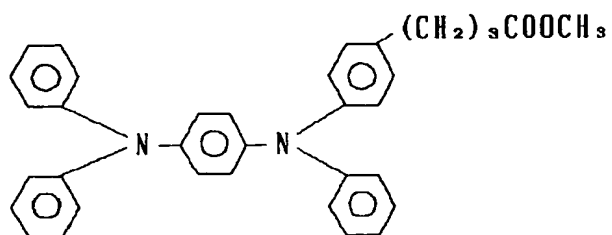


【 0 0 3 1 】

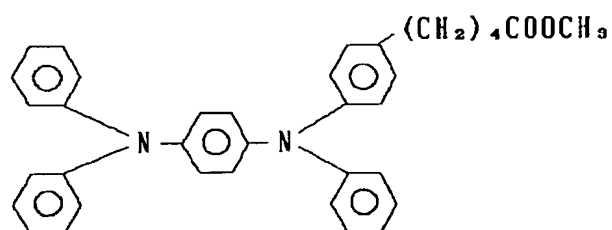
【 化 2 4 】

35

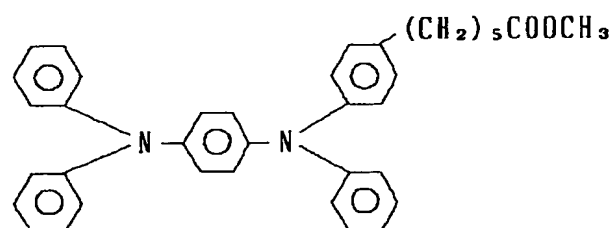
36



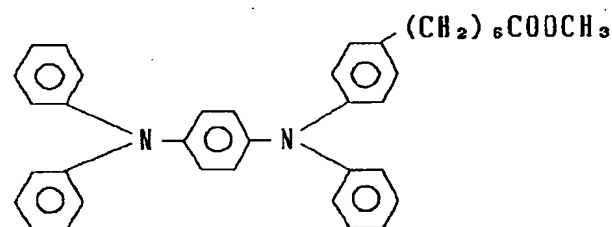
(71)



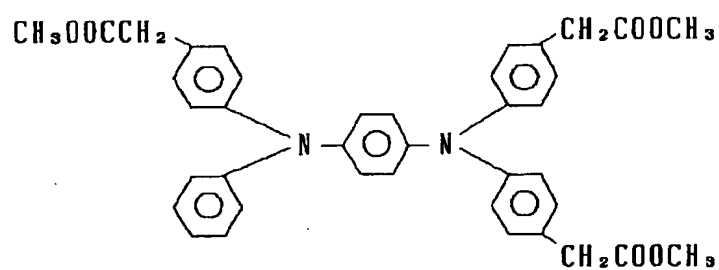
(72)



(73)



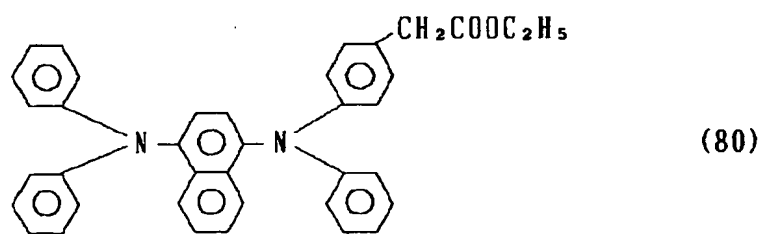
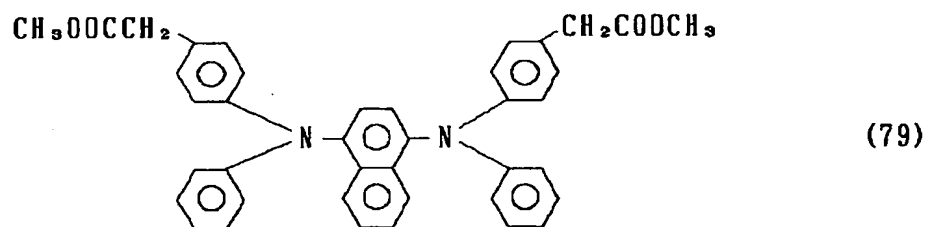
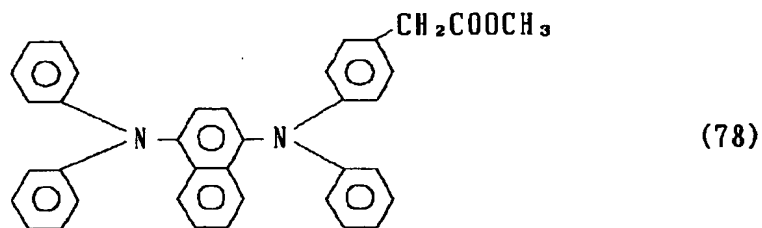
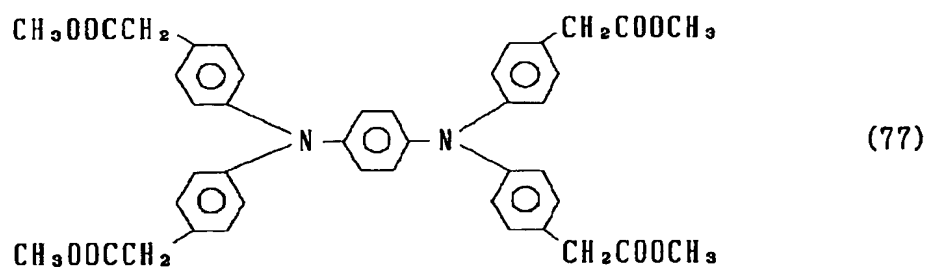
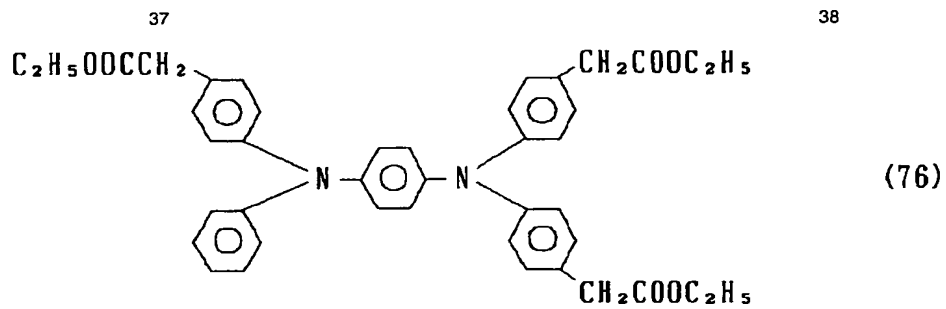
(74)



(75)

【0032】

【化25】

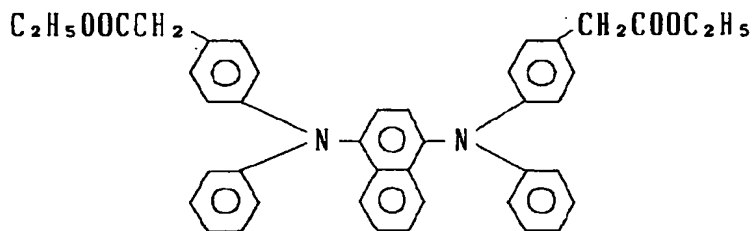


【 0 0 3 3 】

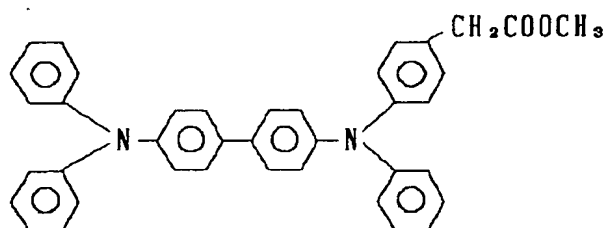
【 化 2 6 】

39  
 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OOCCH}_2$ 

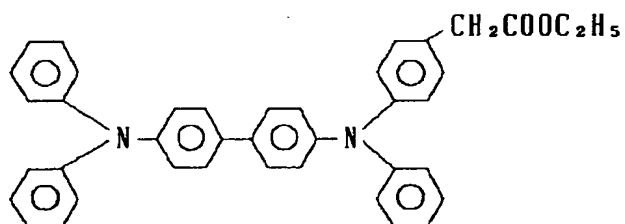
40



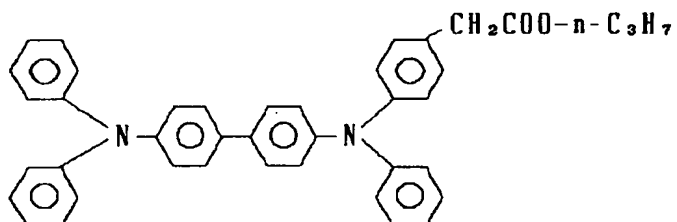
(81)



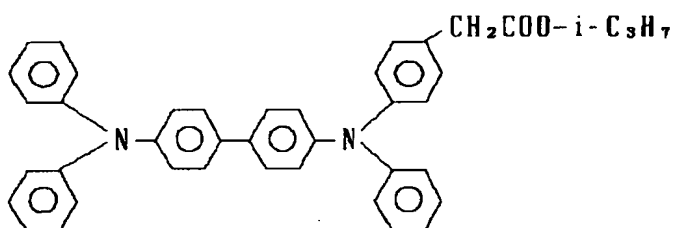
(82)



(83)



(84)



(85)

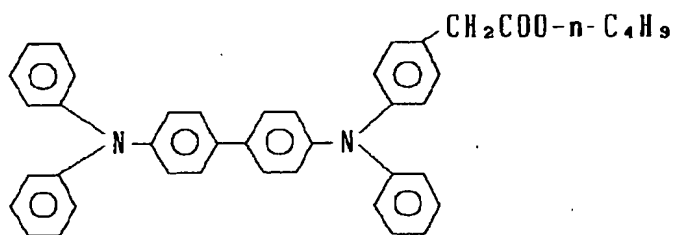
【 0 0 3 4 】

40

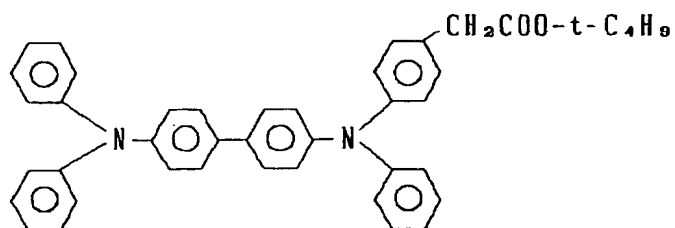
【 化 2 7 】

41

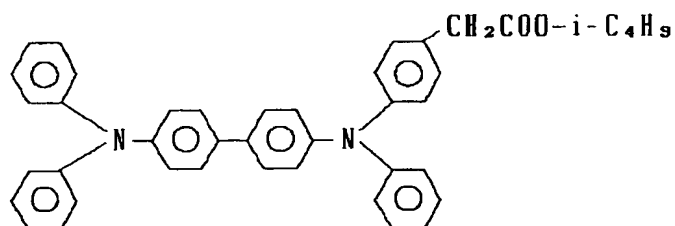
42



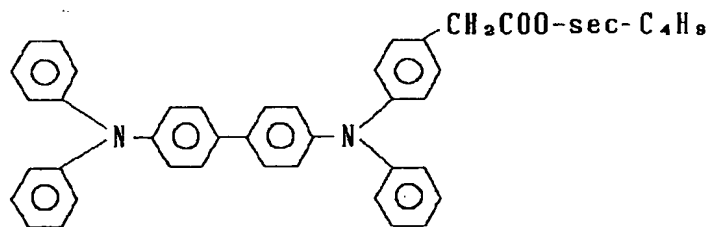
(86)



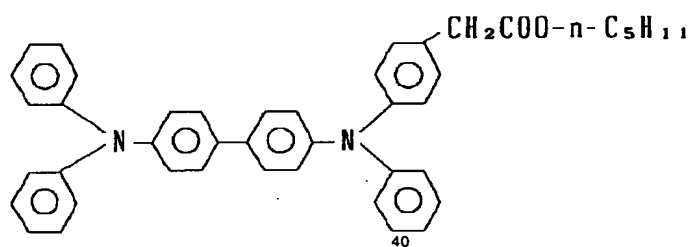
(87)



(88)



(89)



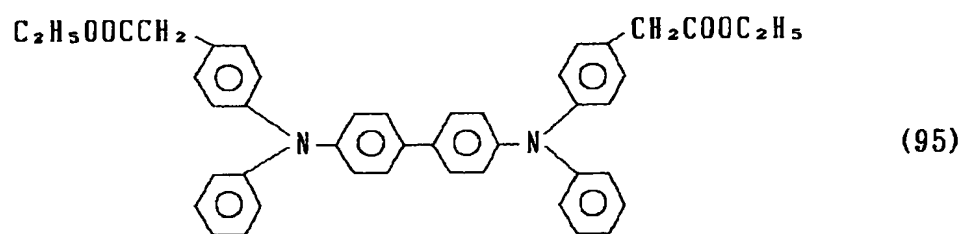
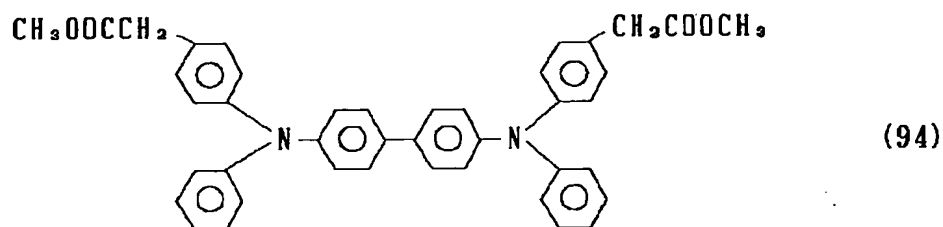
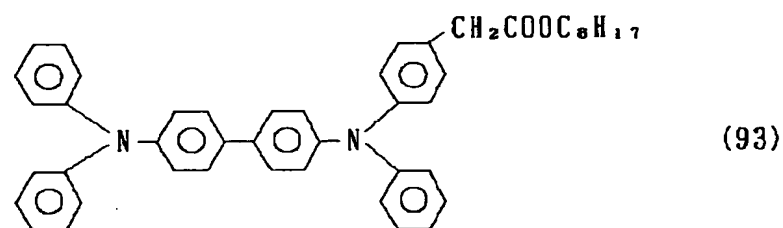
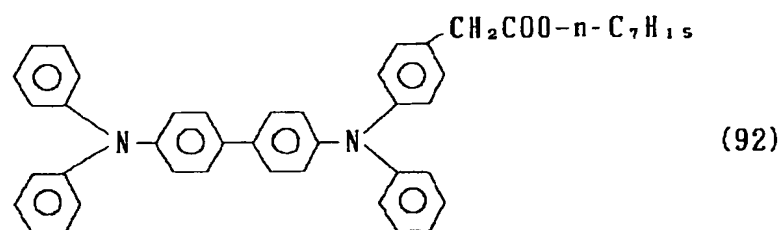
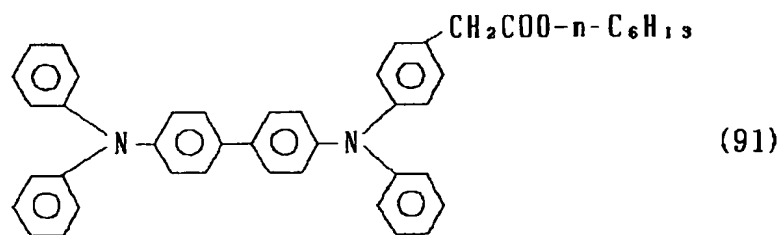
(90)

【 0 0 3 5 】

【 化 2 8 】

43

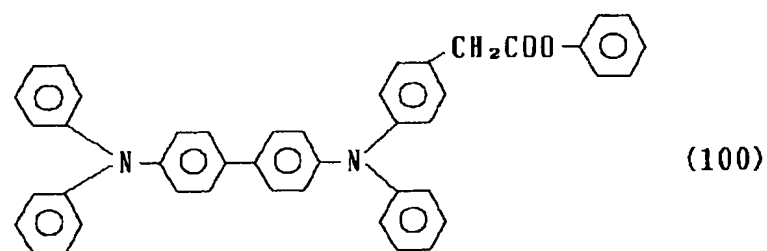
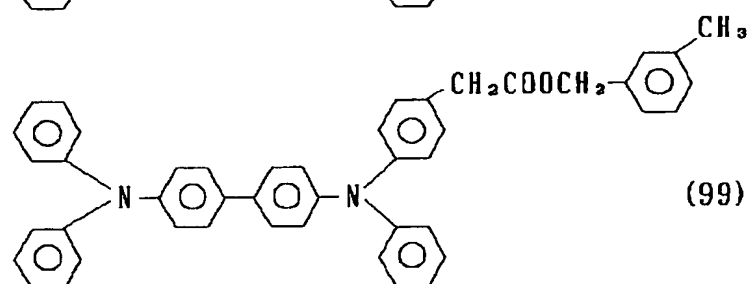
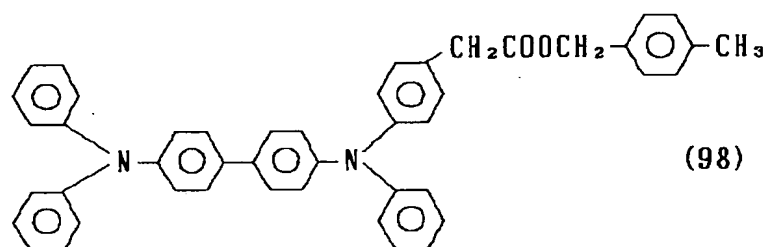
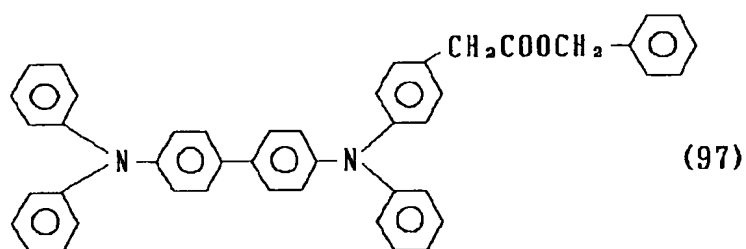
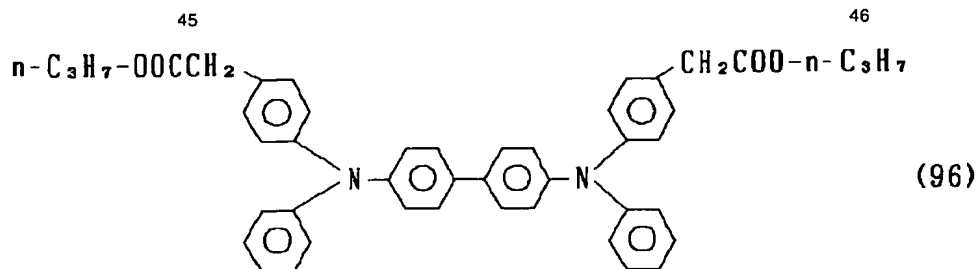
44



【0036】

40

【化29】



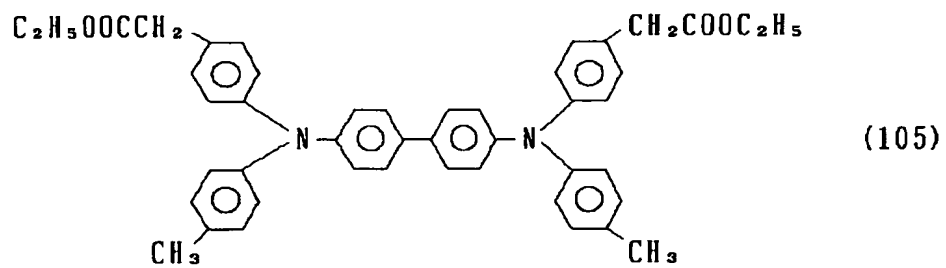
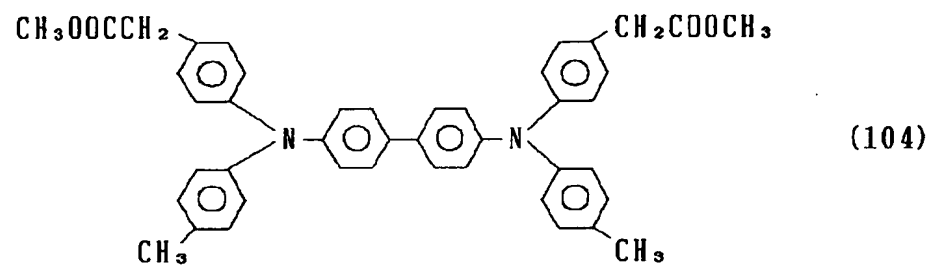
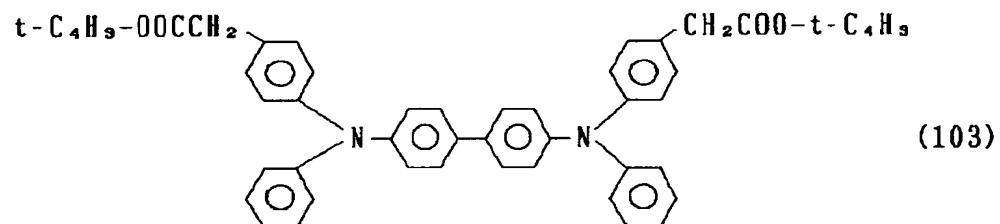
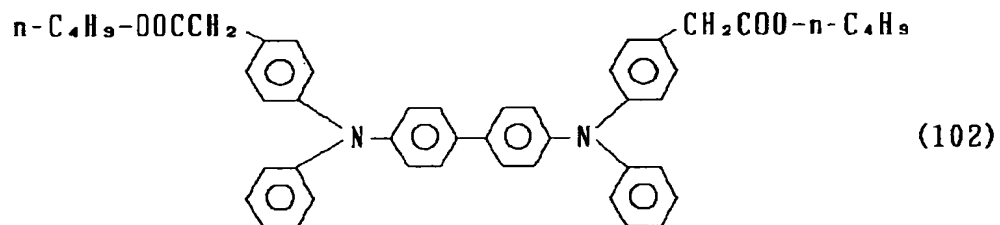
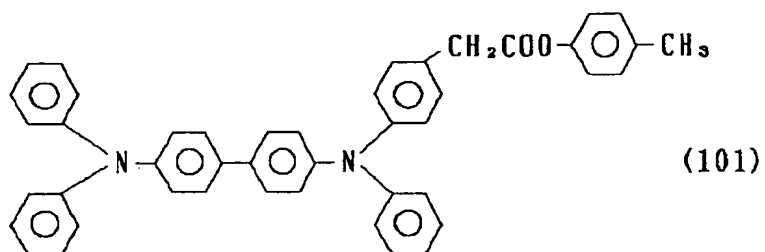
【 0 0 3 7 】

40

【 化 3 0 】

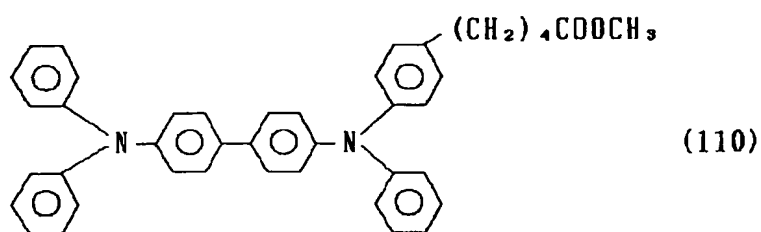
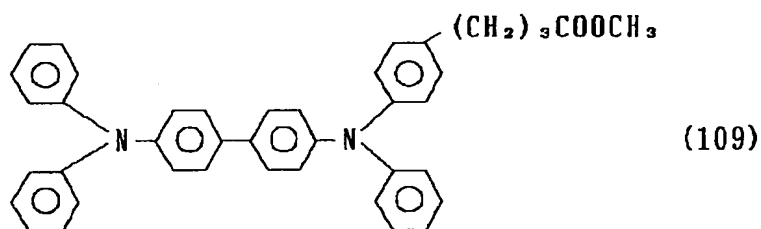
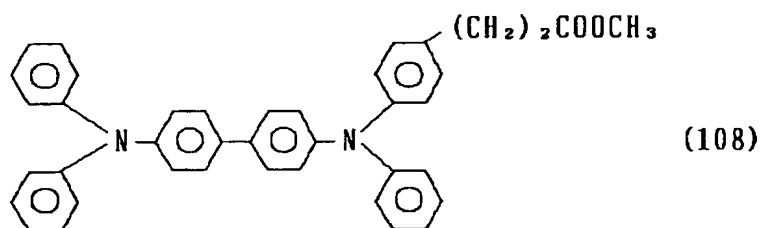
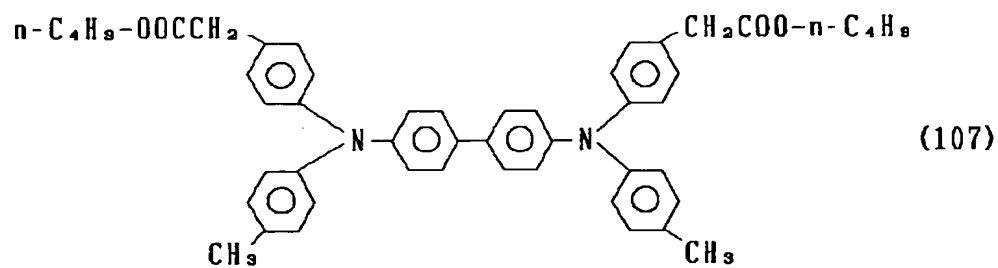
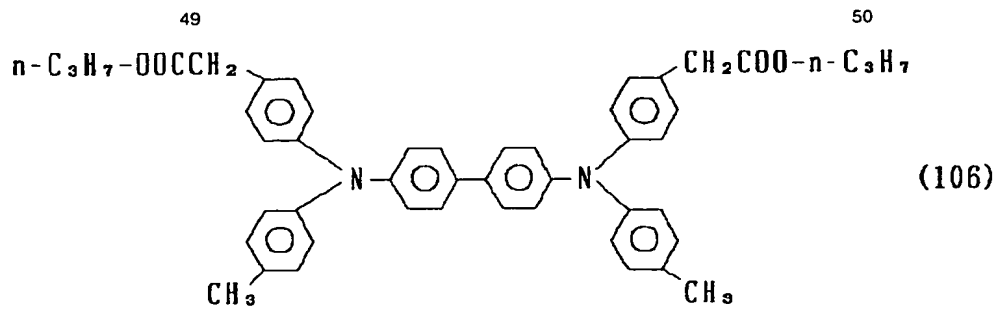
47

48



【 0 0 3 8 】

【 化 3 1 】

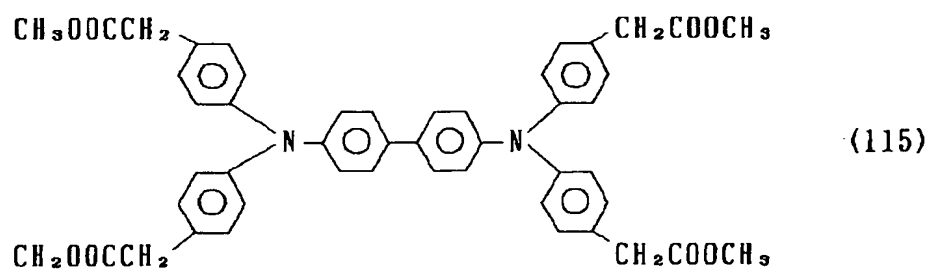
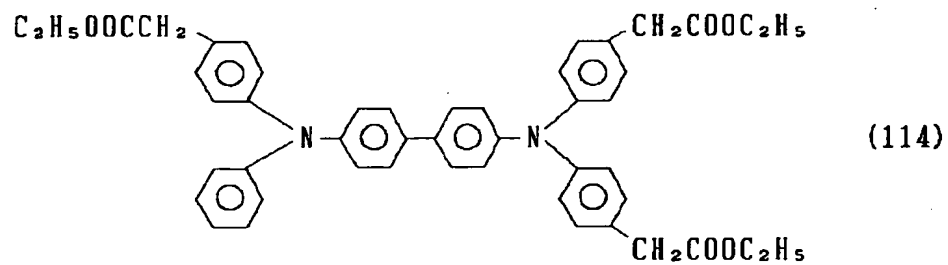
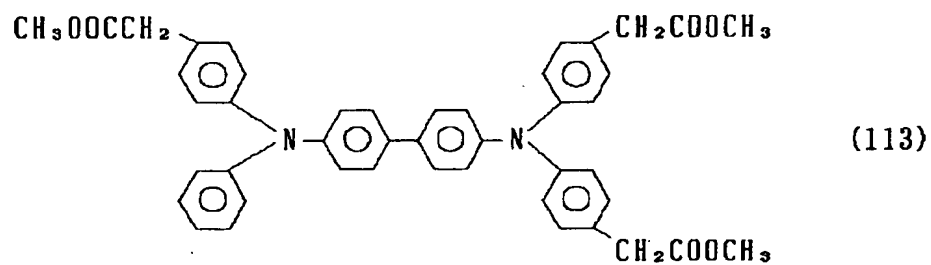
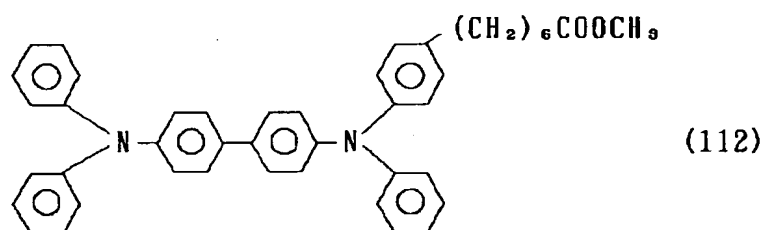
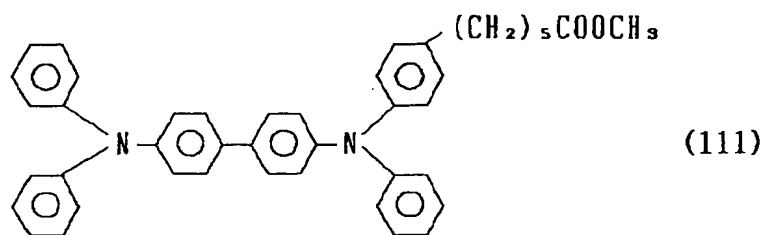


【0039】

【化32】

51

52

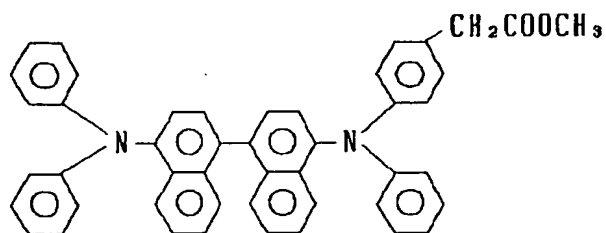


【0040】

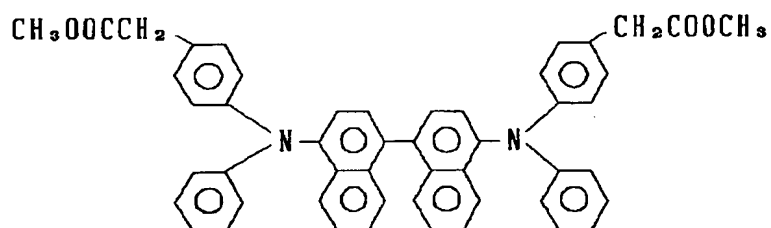
【化33】

53

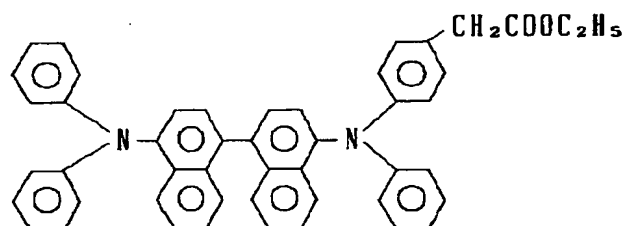
54



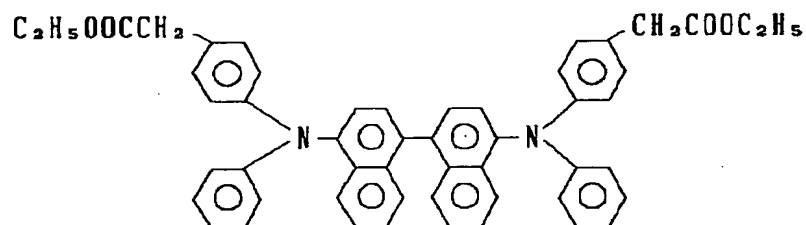
(116)



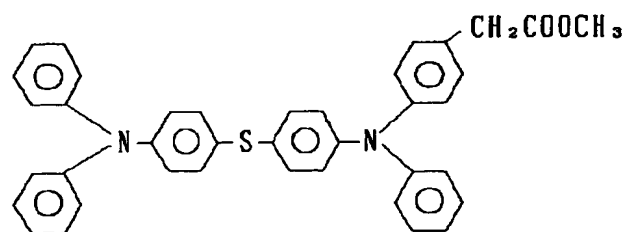
(117)



(118)



(119)



(120)

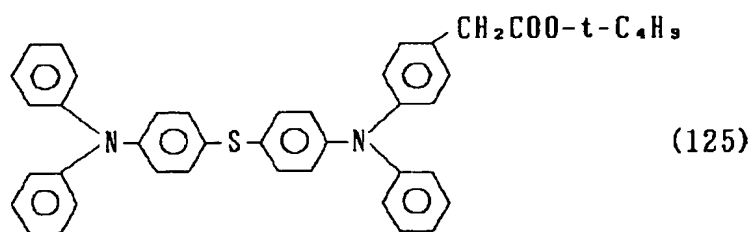
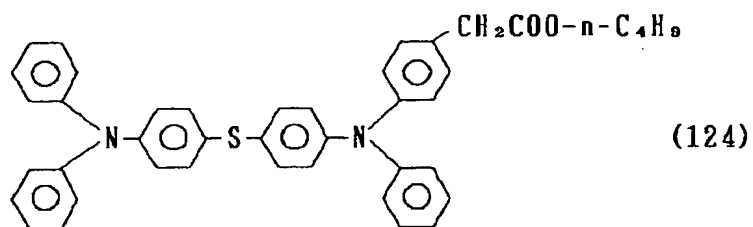
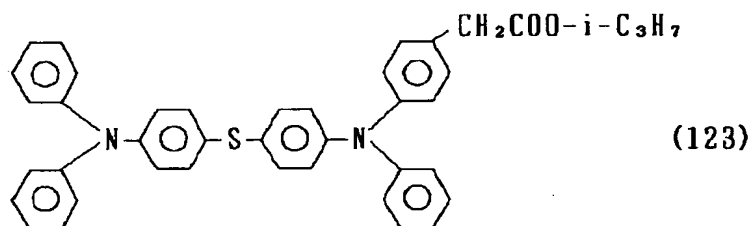
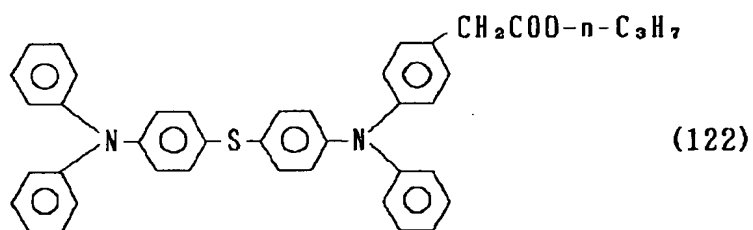
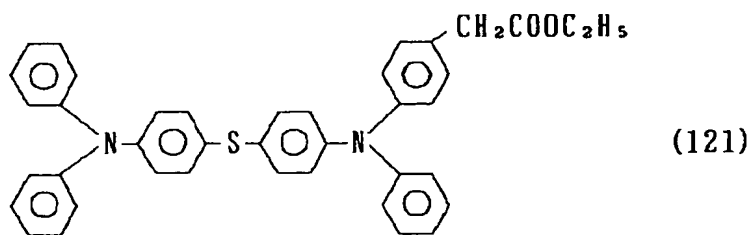
【 0 0 4 1 】

【 化 3 4 】

40

55

56



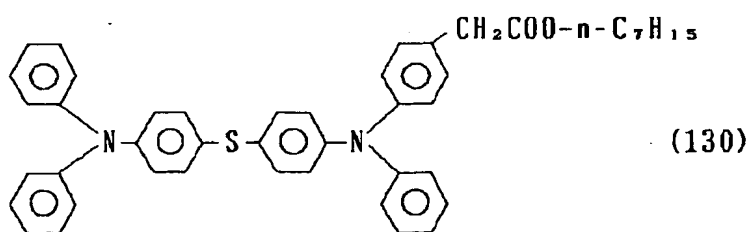
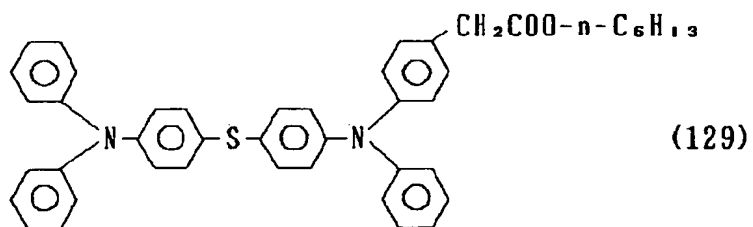
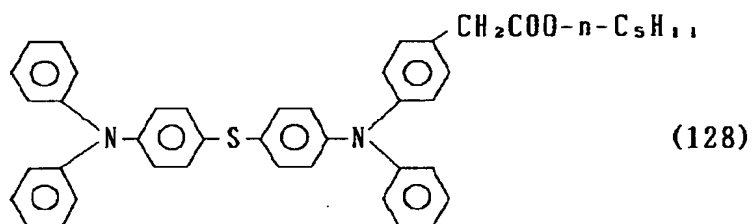
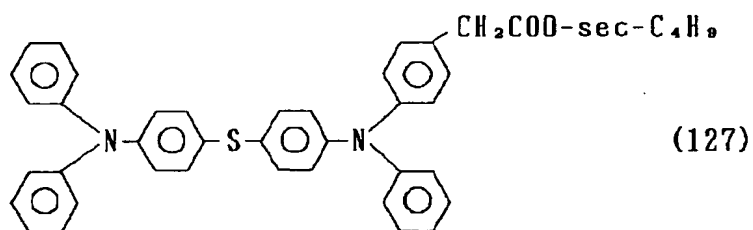
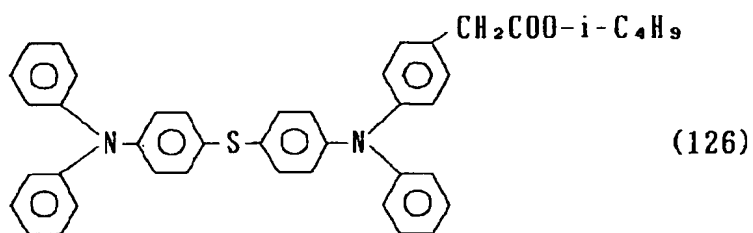
40

【 0 0 4 2 】

【 化 3 5 】

57

58



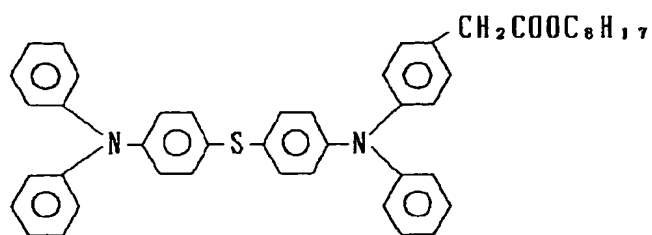
40

【0043】

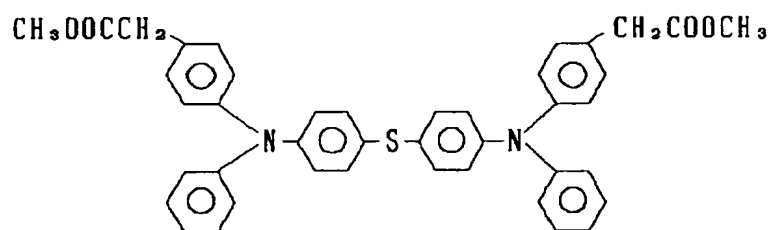
【化36】

59

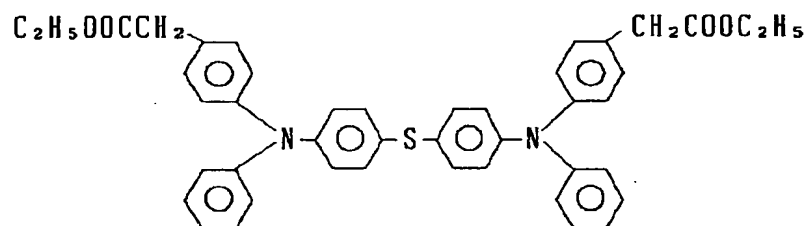
60



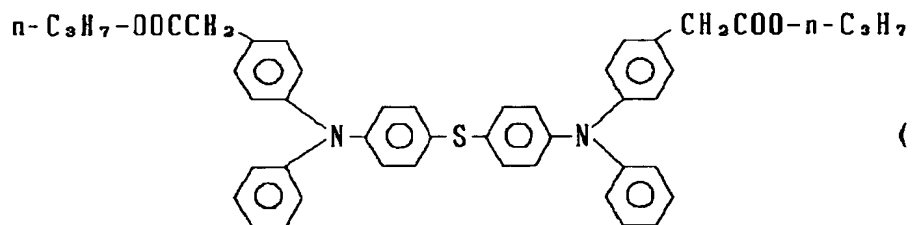
(131)



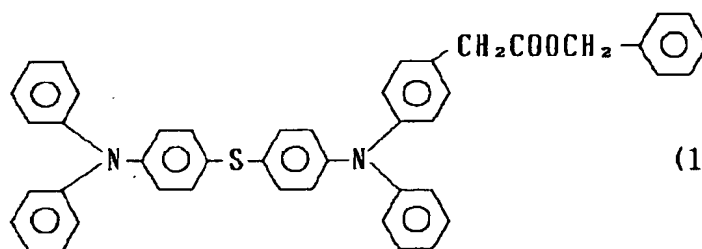
(132)



(133)



(134)



(135)

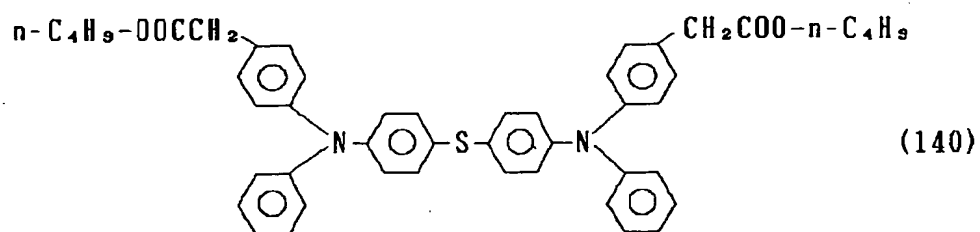
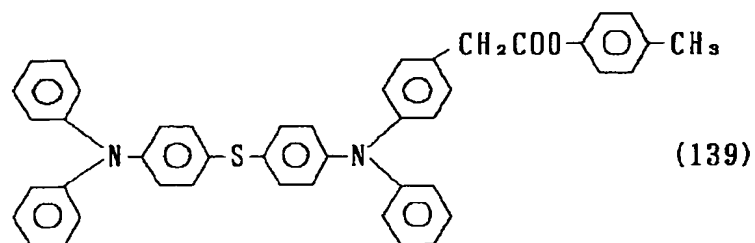
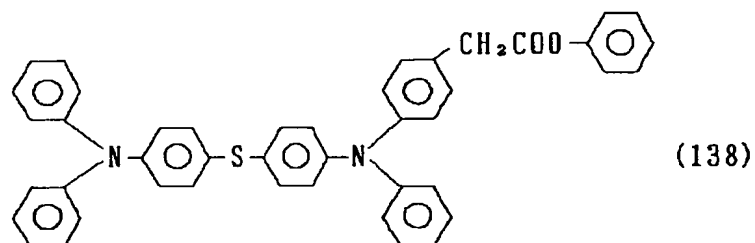
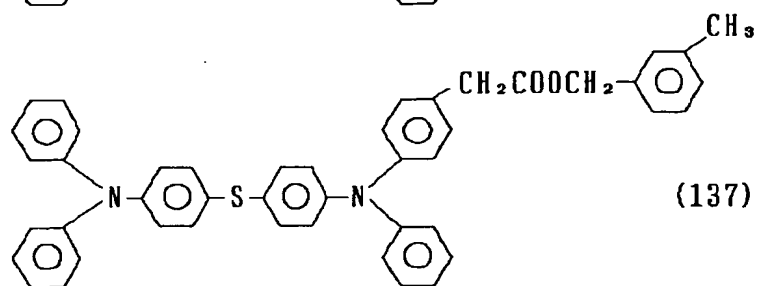
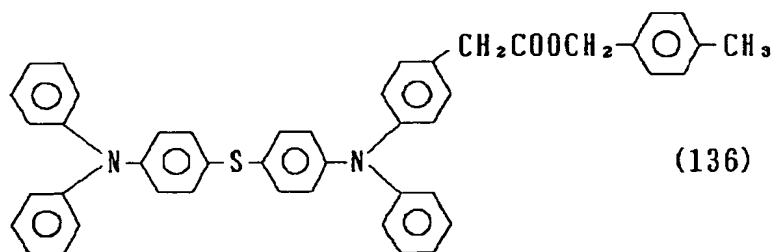
【0044】

40

【化37】

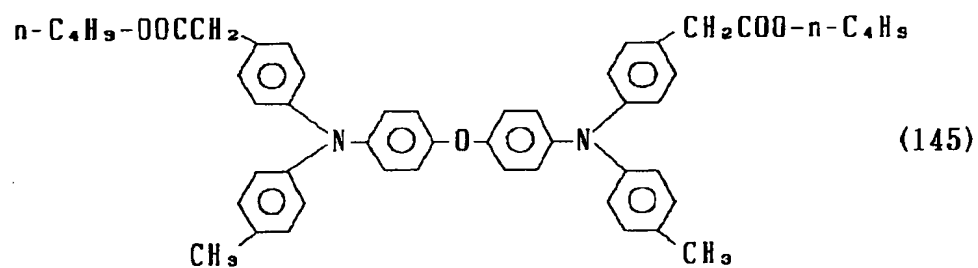
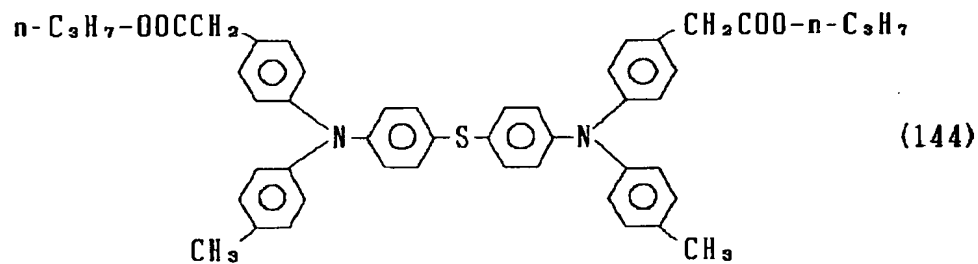
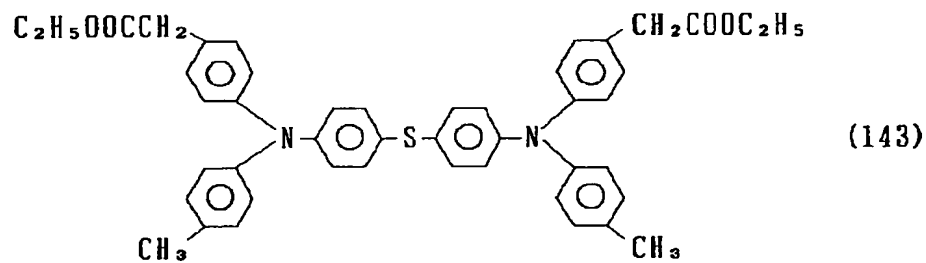
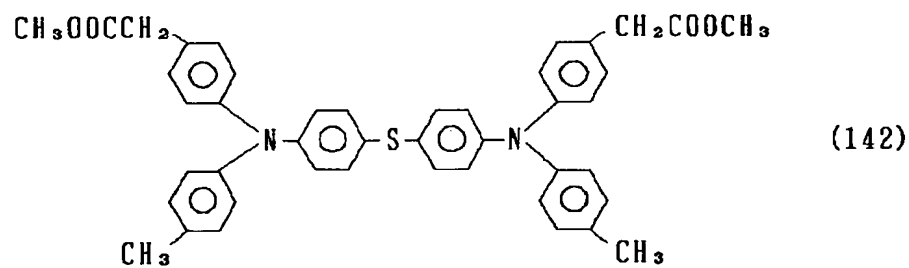
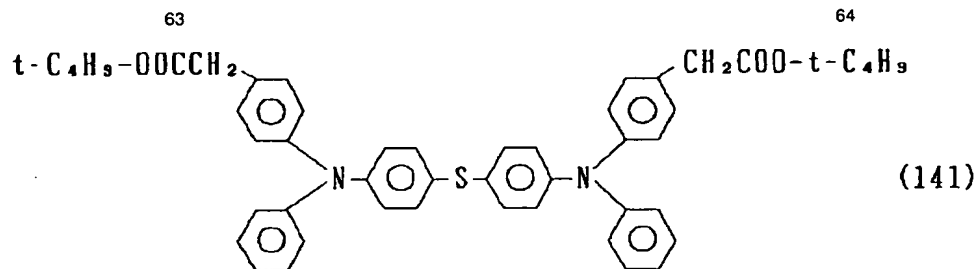
61

62



【 0 0 4 5 】

【 化 3 8 】

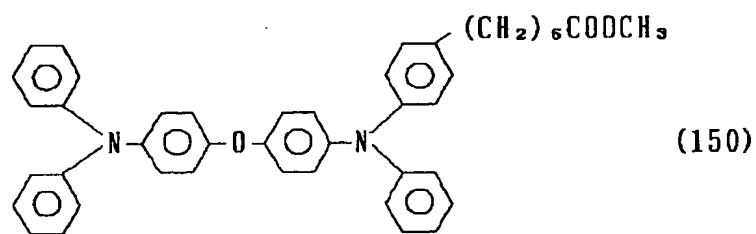
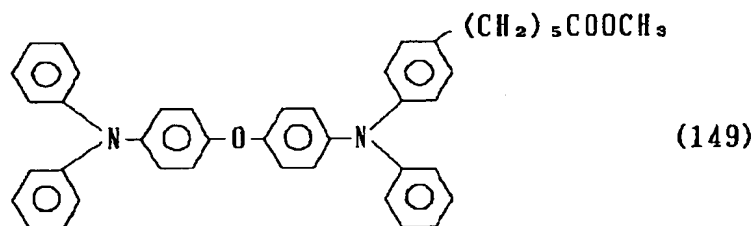
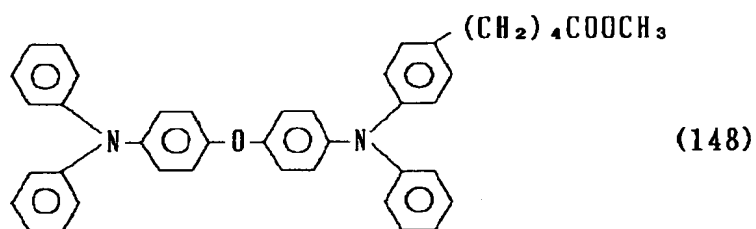
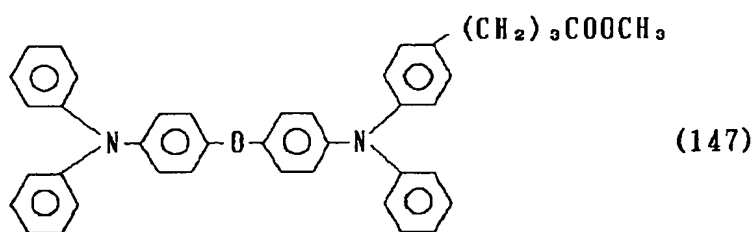
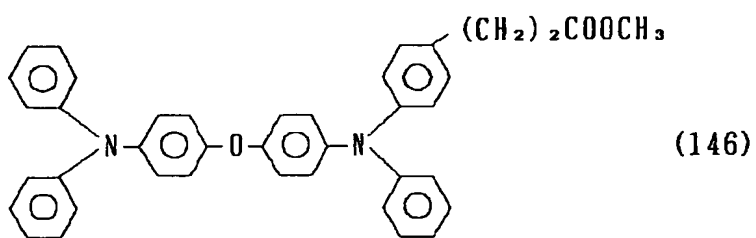


【0046】

【化39】

65

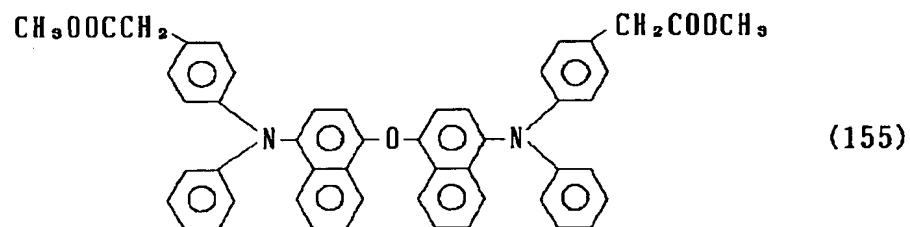
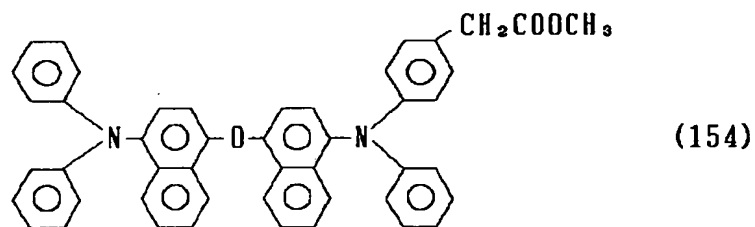
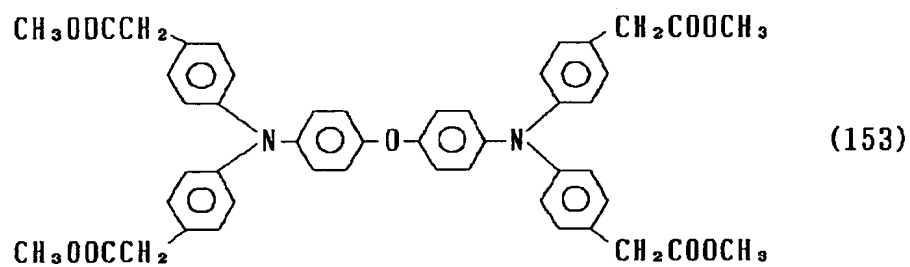
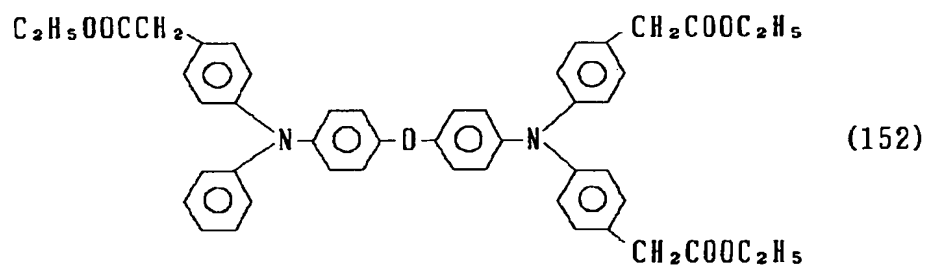
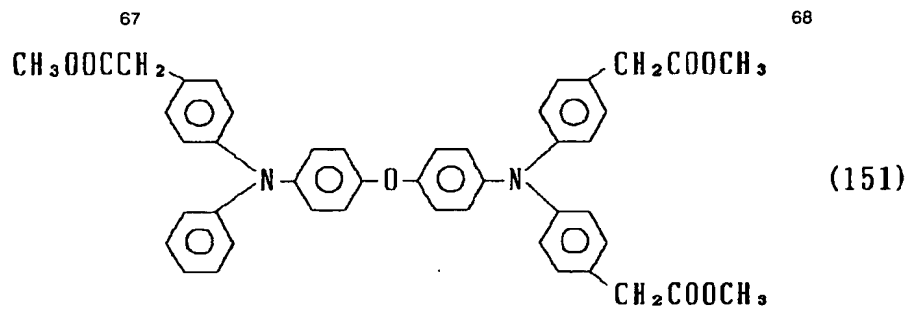
66



40

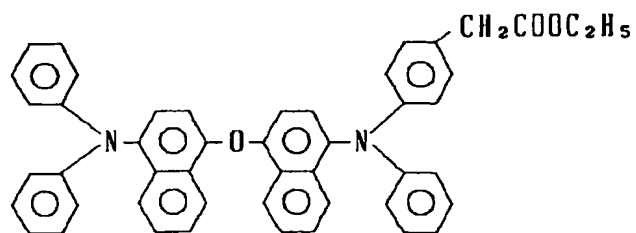
【0047】

【化40】

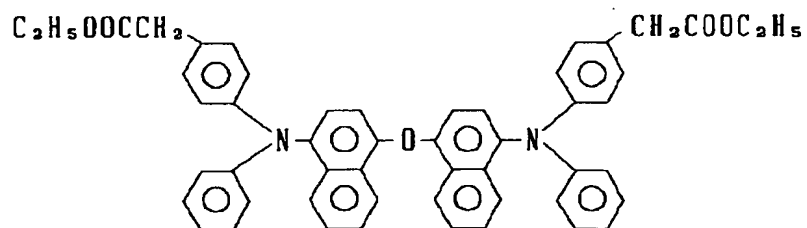


【 0 0 4 8 】

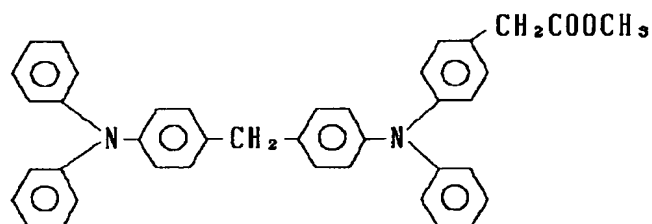
40 【化 4 1】



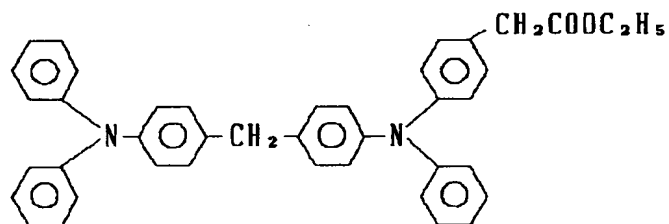
(156)



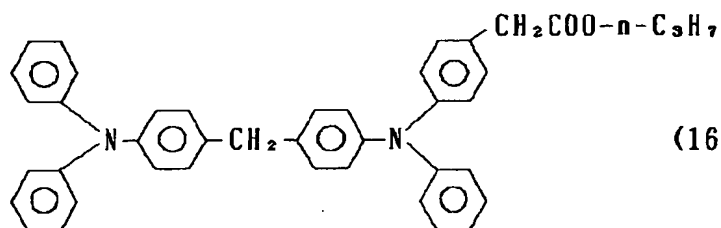
(157)



(158)



(159)



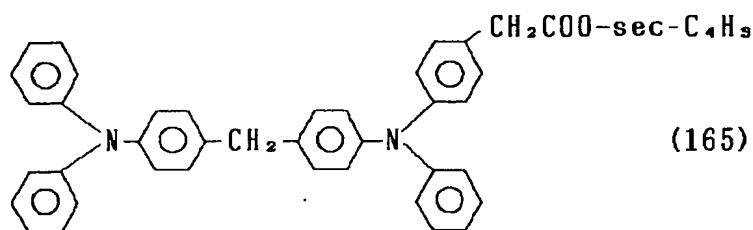
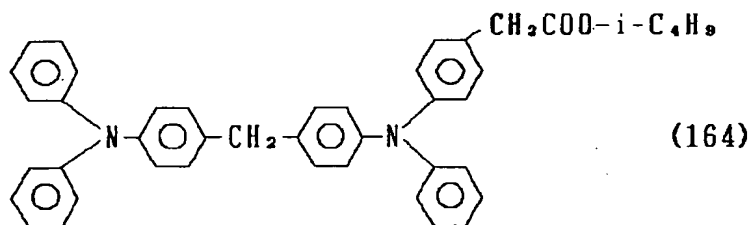
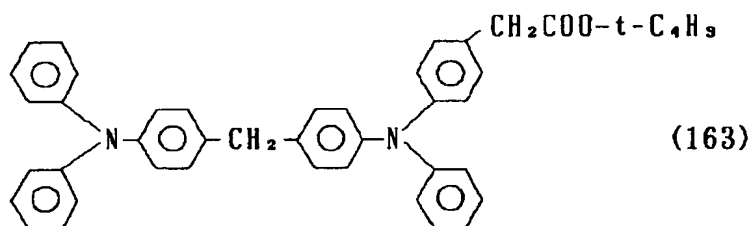
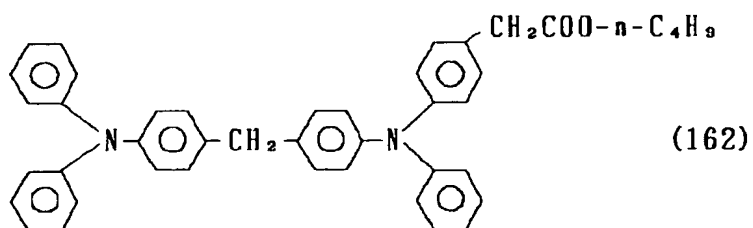
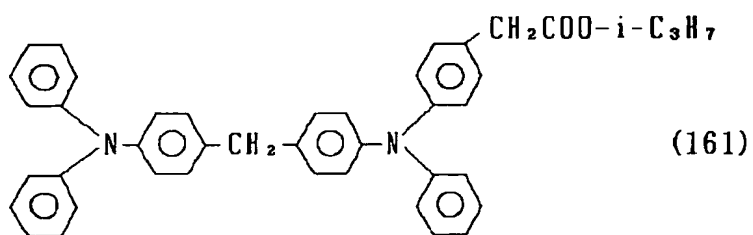
(160)

【 0 0 4 9 】

【 化 4 2 】

71

72



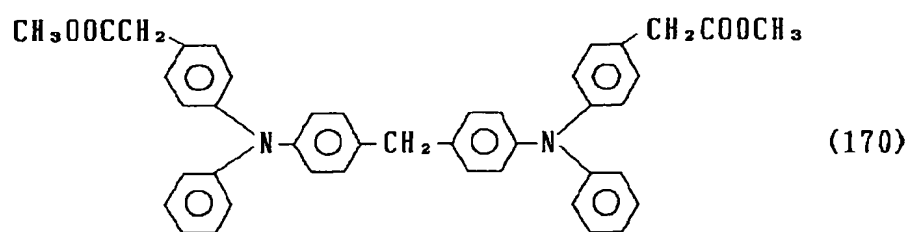
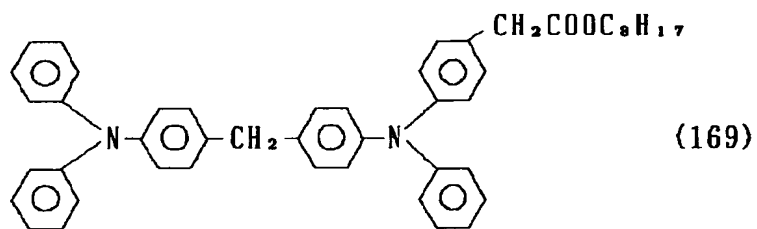
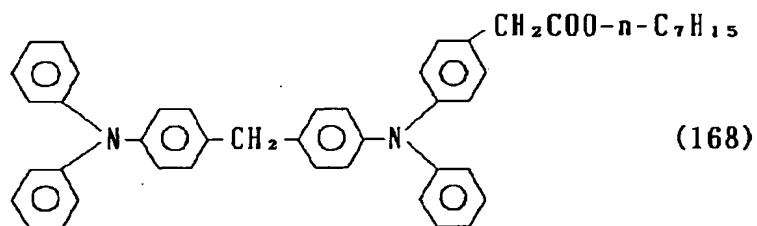
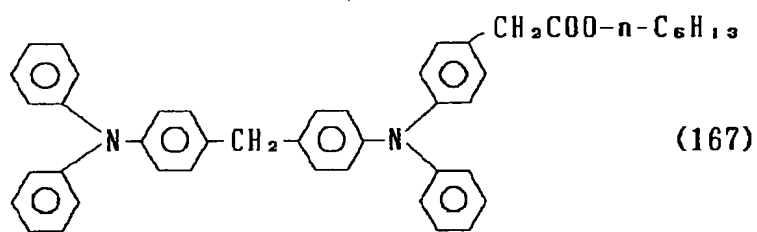
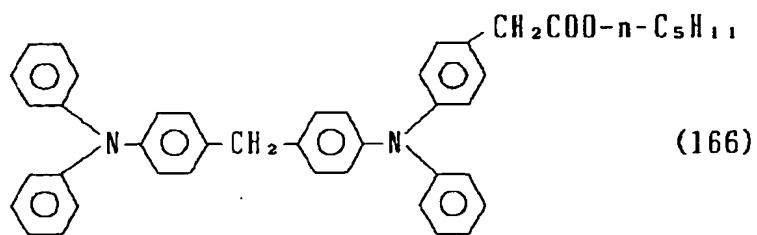
40

【 0 0 5 0 】

【 化 4 3 】

73

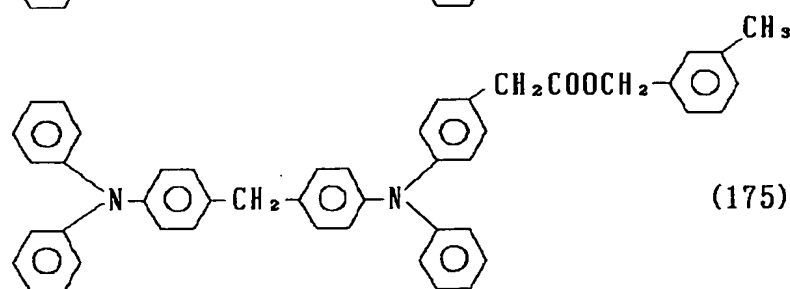
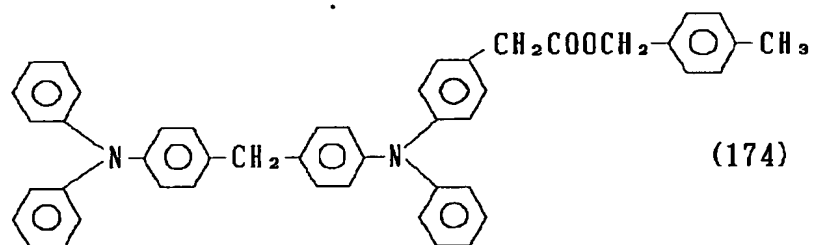
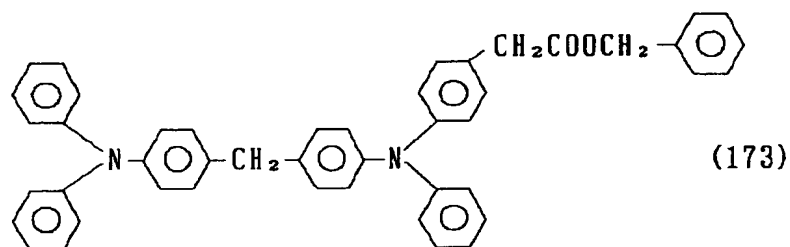
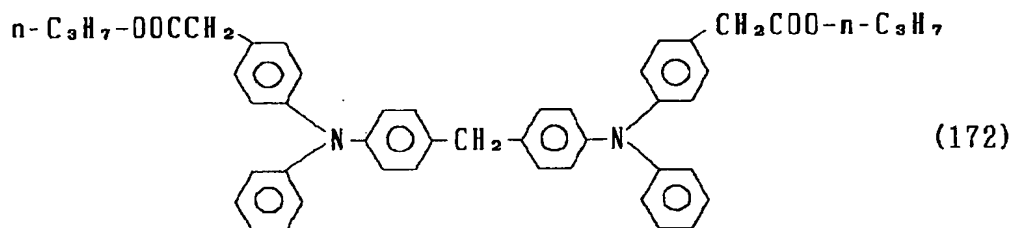
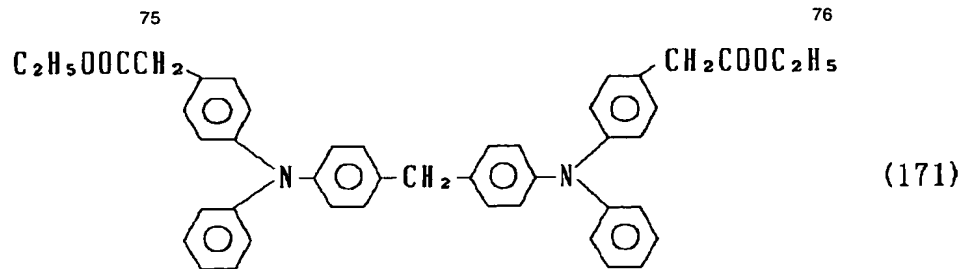
74



40

【 0 0 5 1 】

【 化 4 4 】



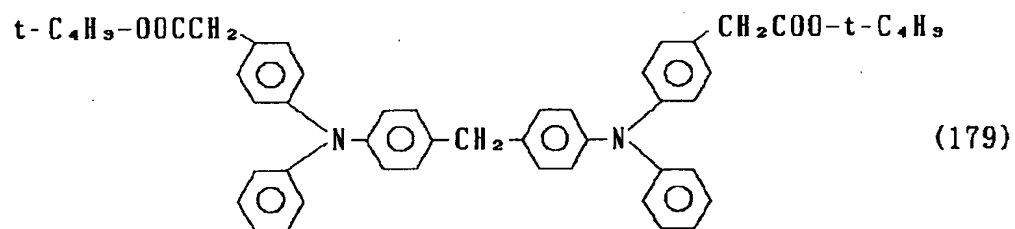
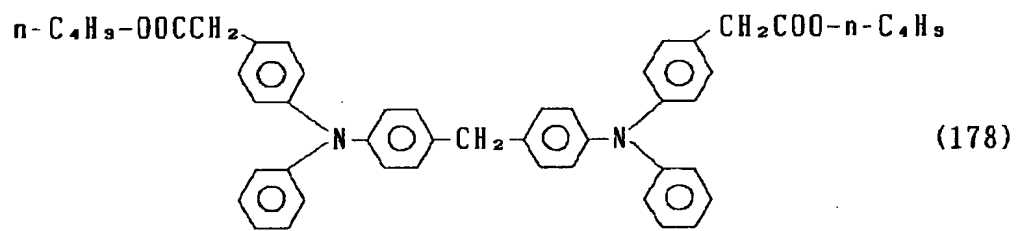
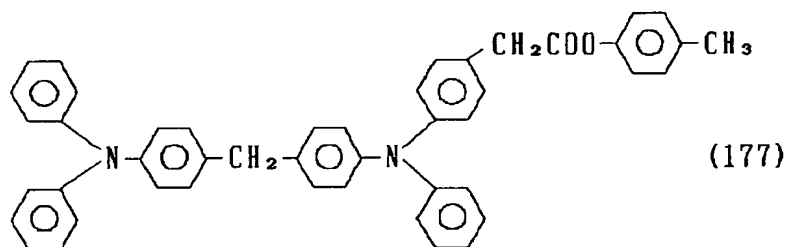
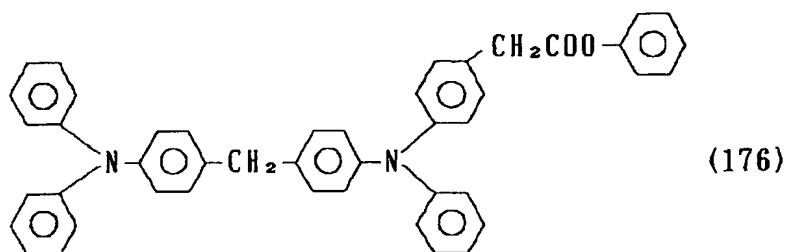
【 0 0 5 2 】

40

【 化 4 5 】

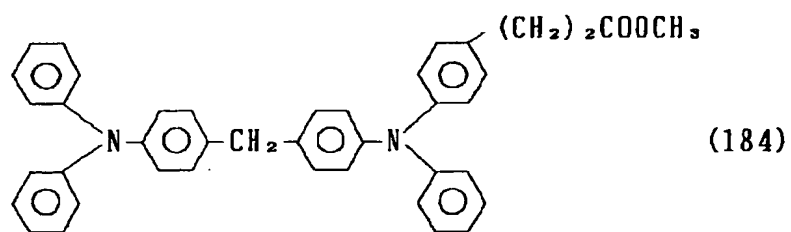
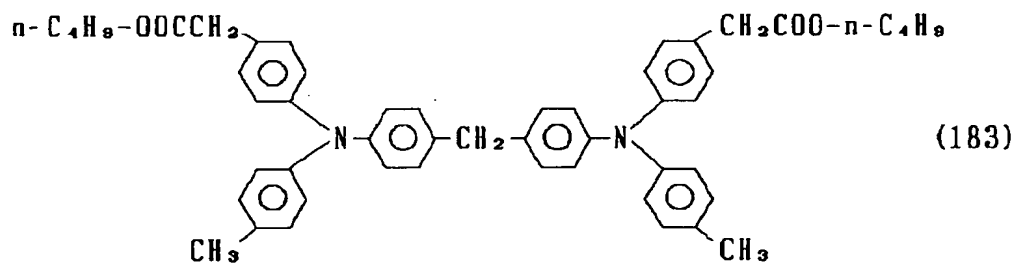
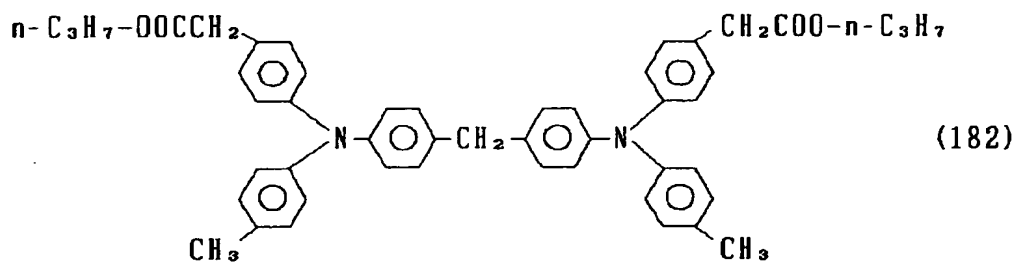
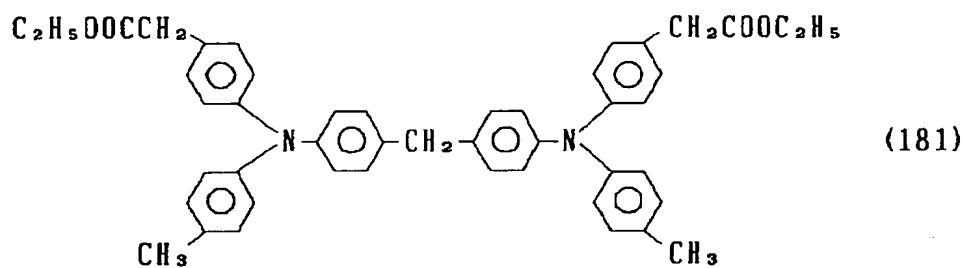
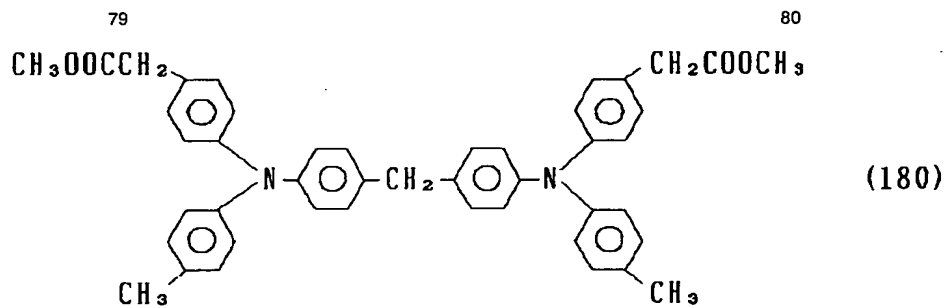
77

78



【 0 0 5 3 】

【 化 4 6 】

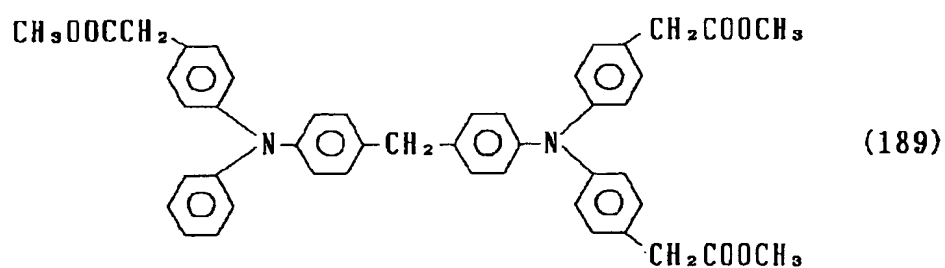
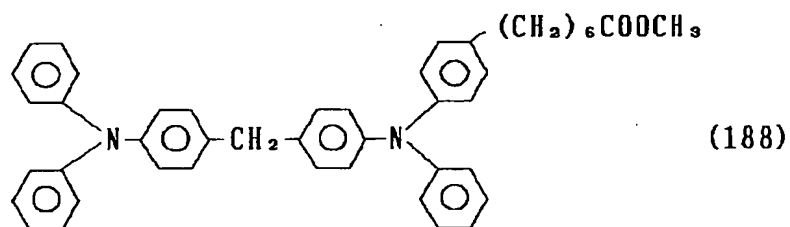
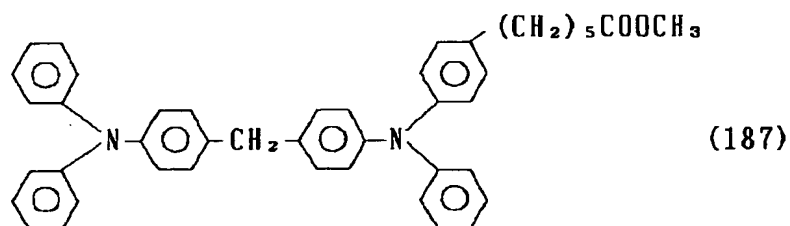
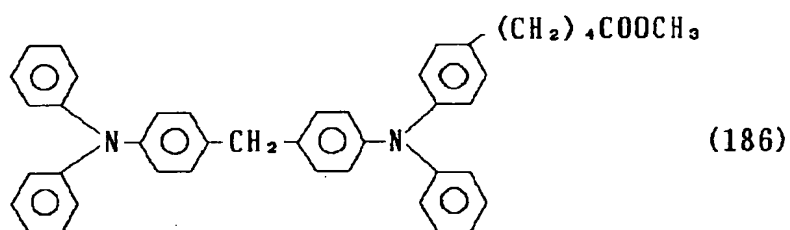
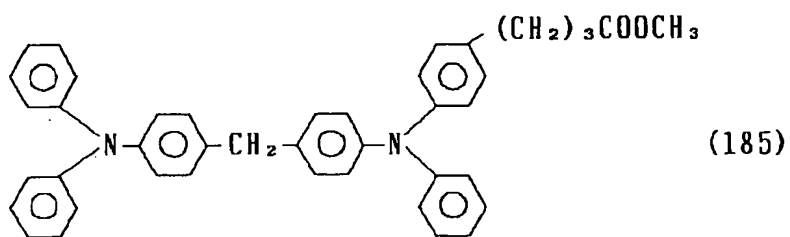


【 0 0 5 4 】

【 化 4 7 】

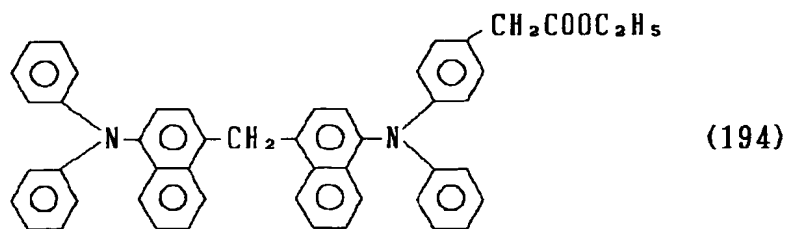
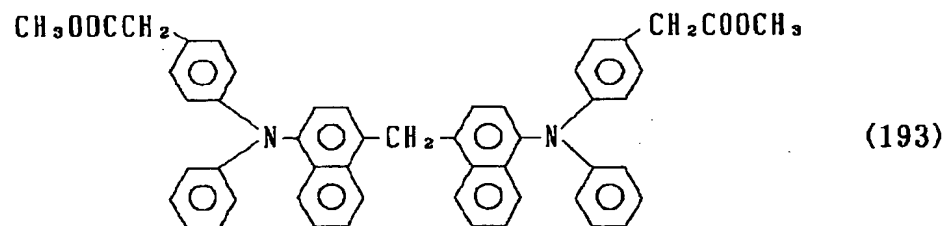
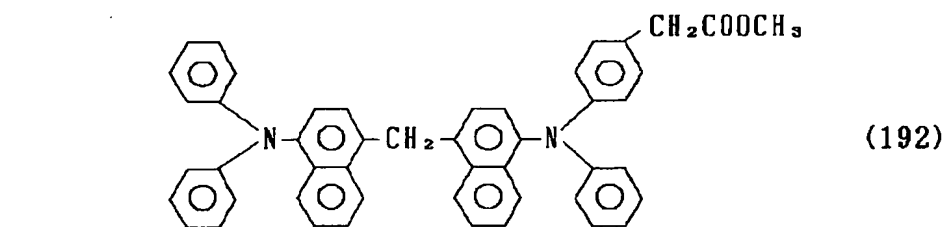
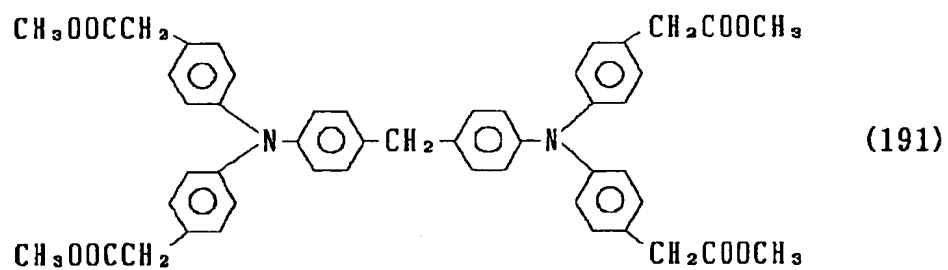
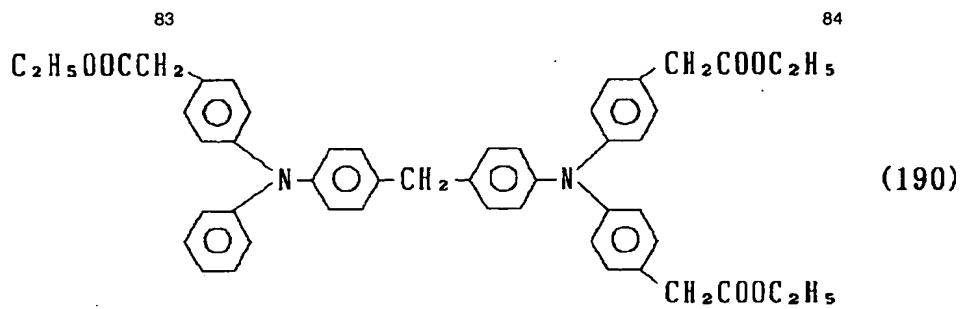
81

82



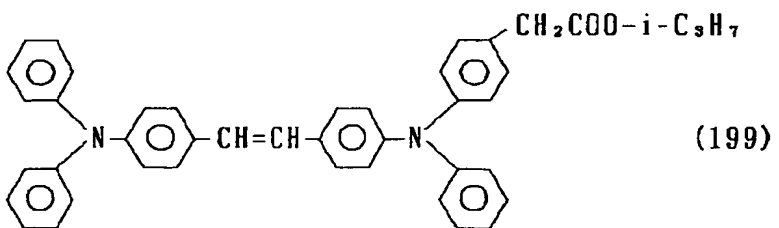
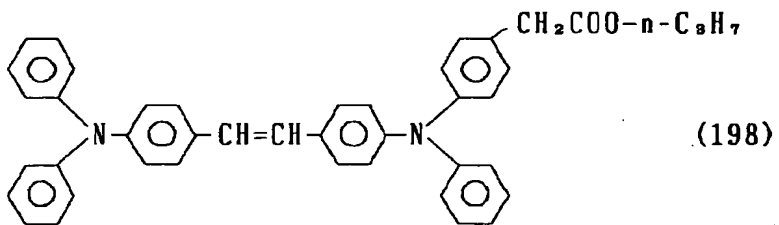
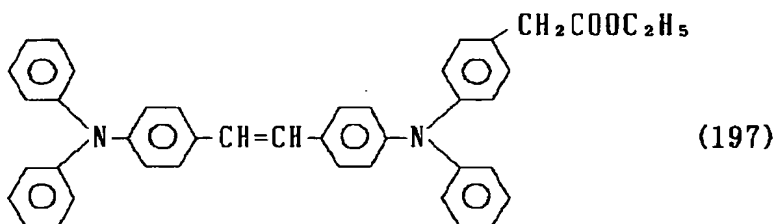
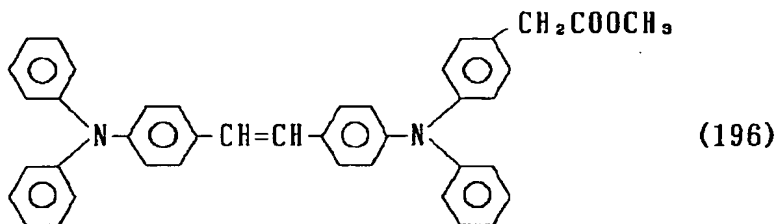
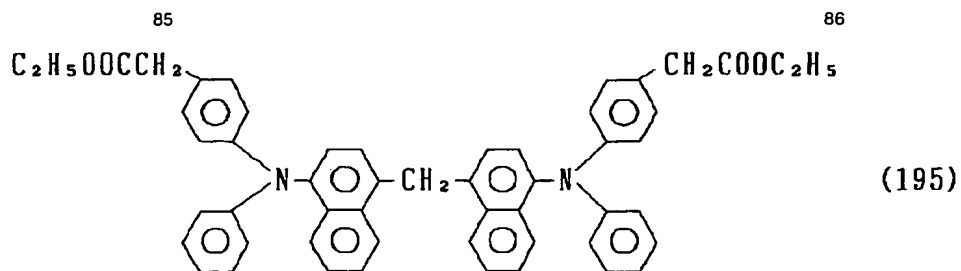
【 0 0 5 5 】

【 化 4 8 】



【0056】

40 【化49】

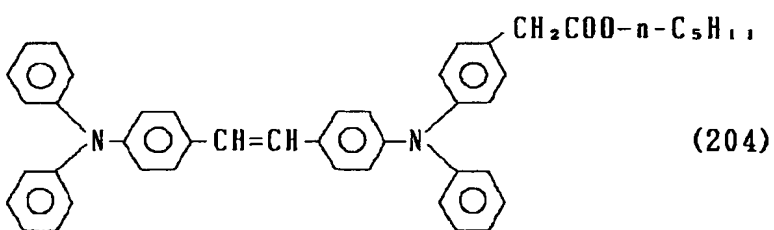
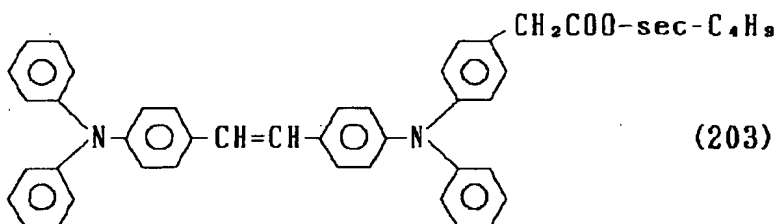
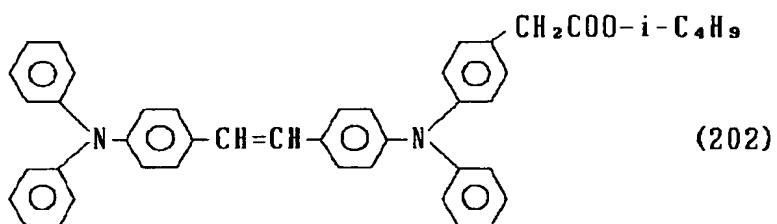
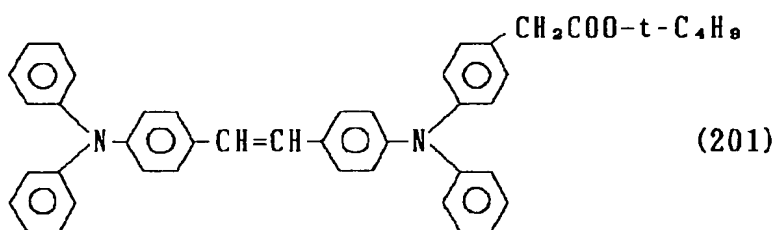
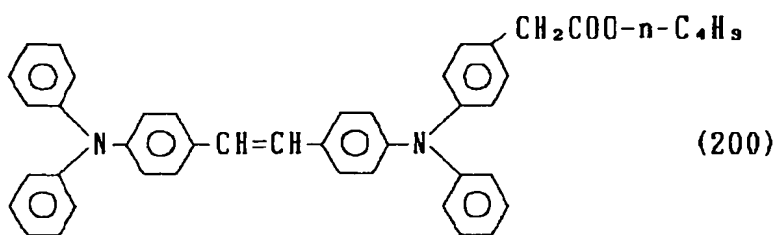


【 0 0 5 7 】

【 化 5 0 】

87

88



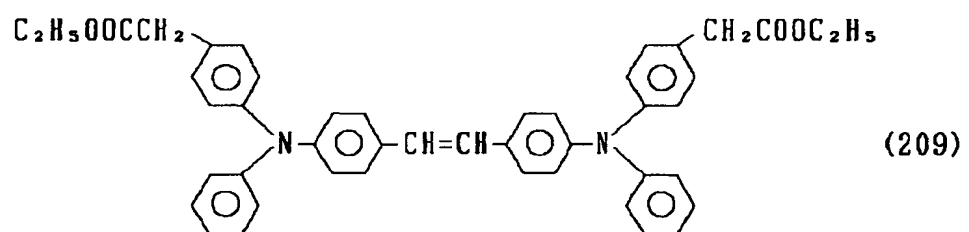
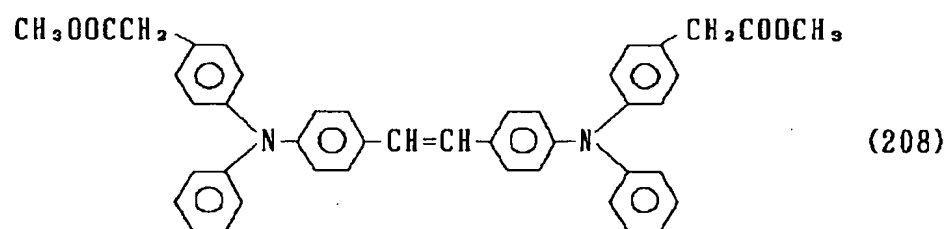
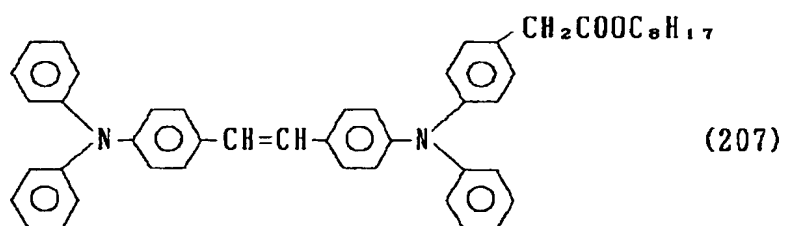
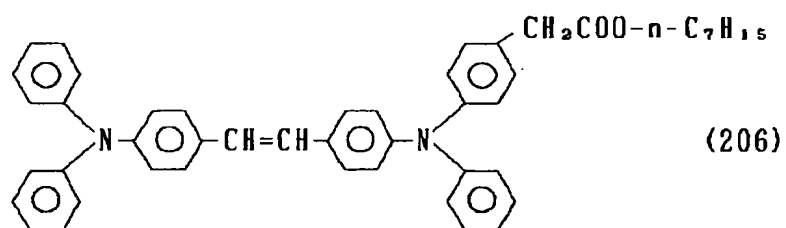
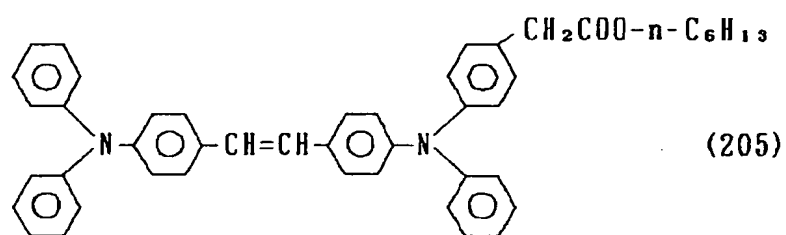
40

【 0 0 5 8 】

【 化 5 1 】

89

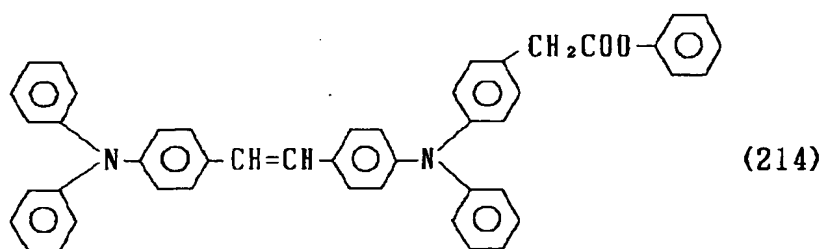
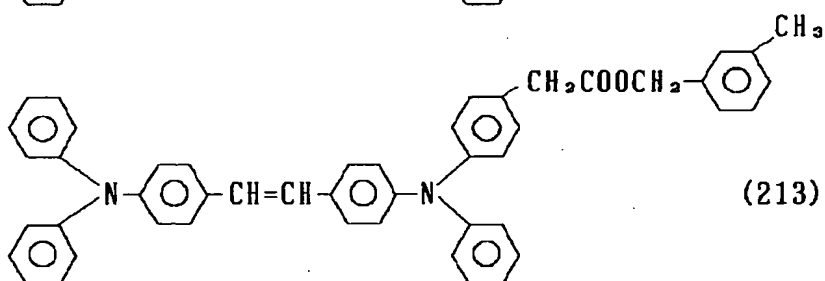
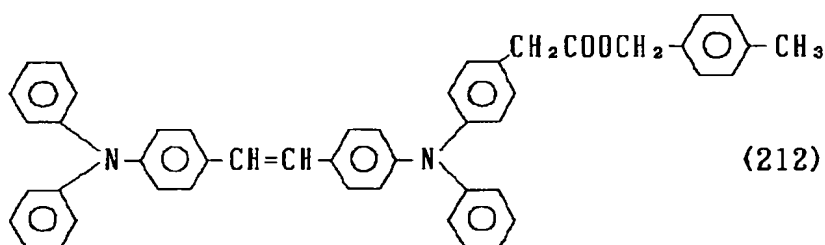
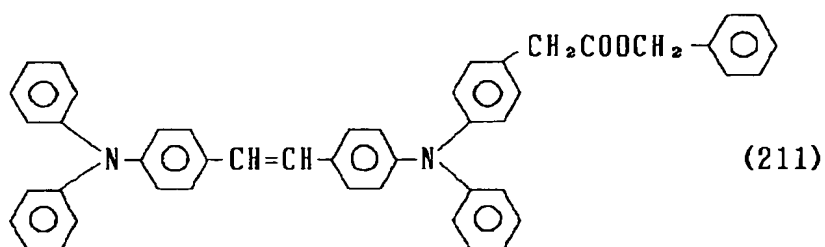
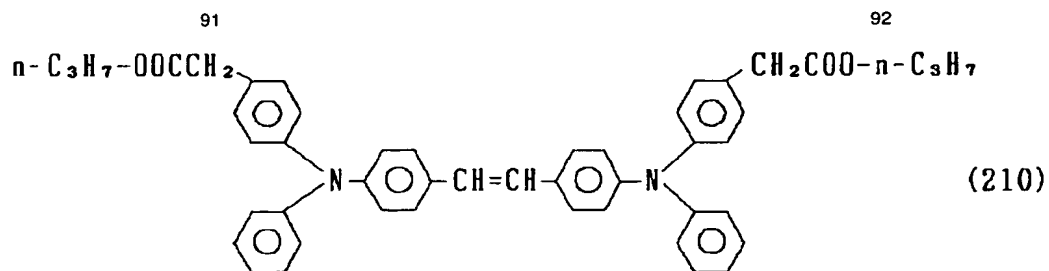
90



40

【 0 0 5 9 】

【 化 5 2 】



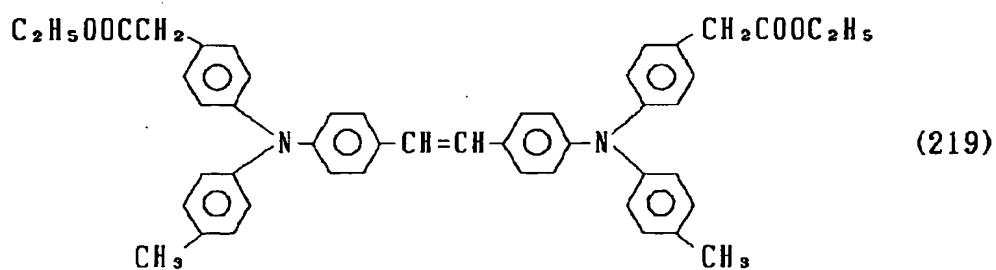
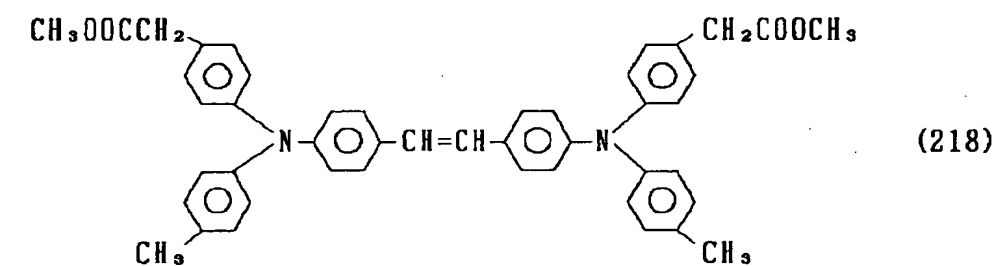
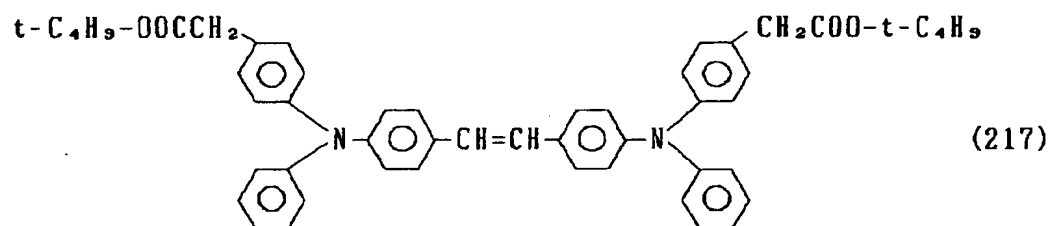
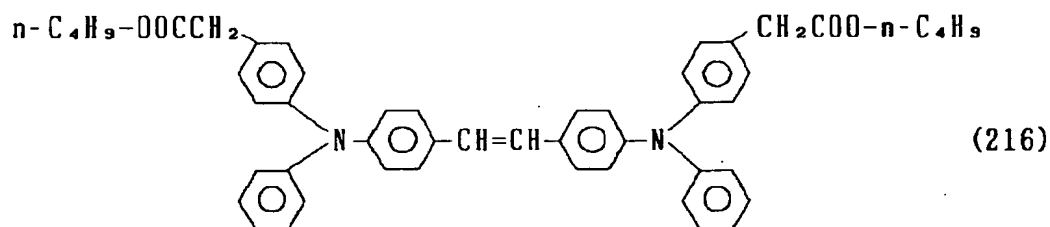
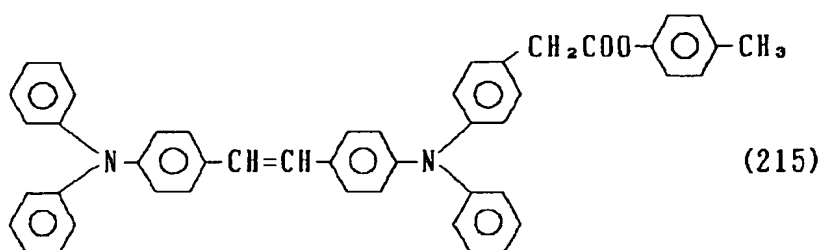
【 0 0 6 0 】

40

【 化 5 3 】

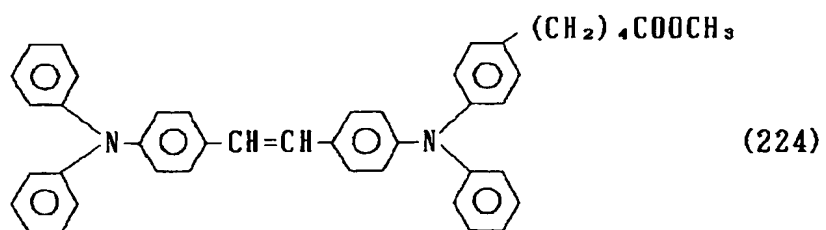
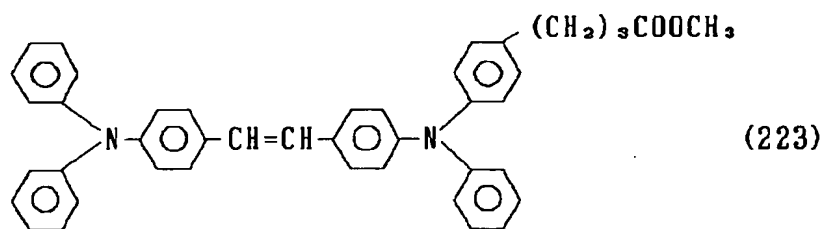
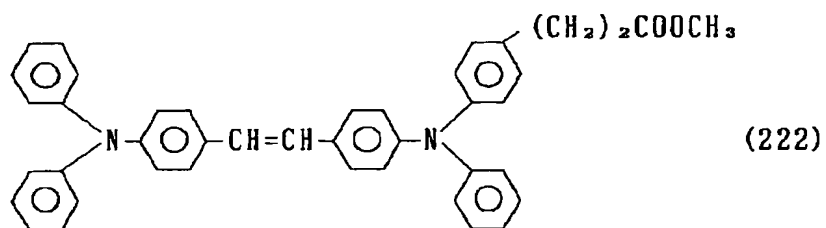
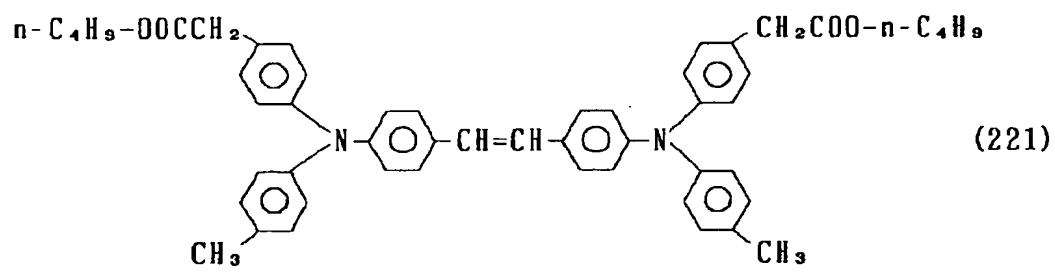
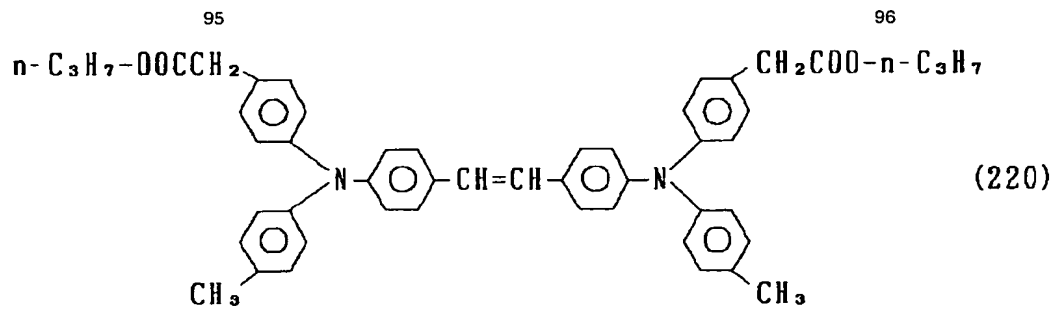
93

94



【0061】

【化54】



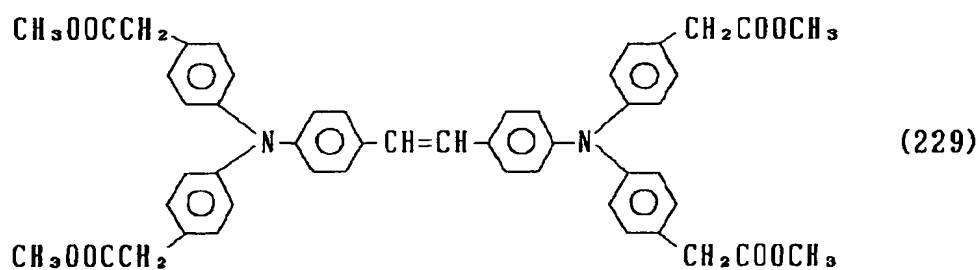
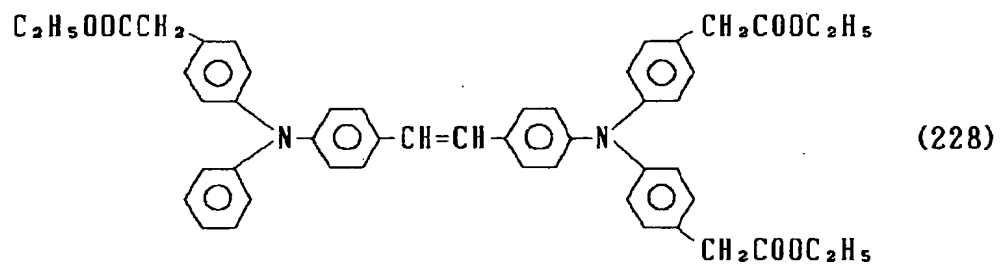
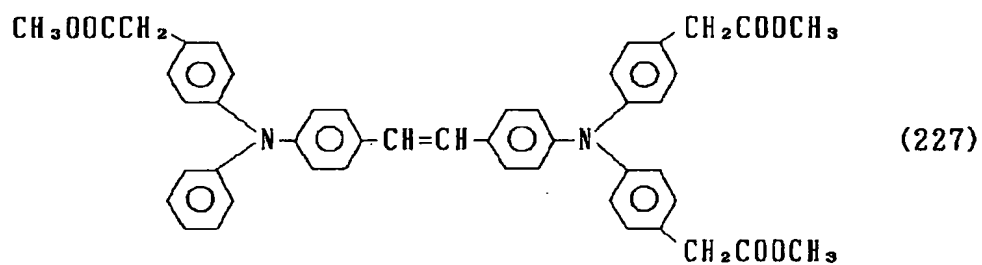
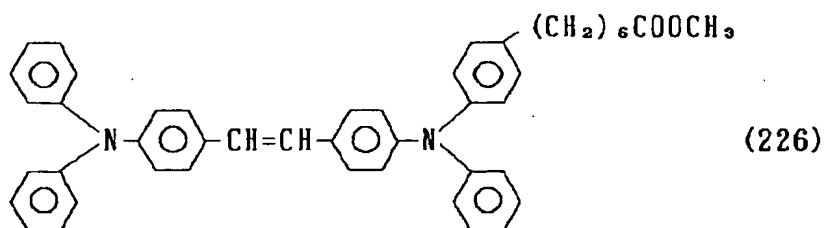
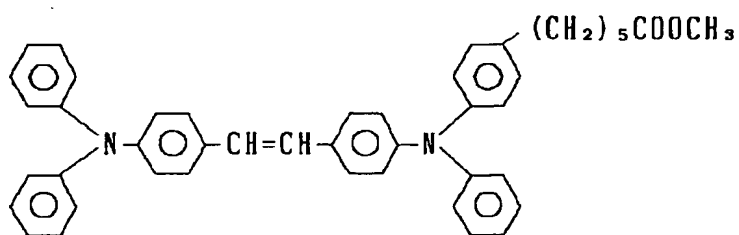
【 0 0 6 2 】

40

【 化 5 5 】

97

98

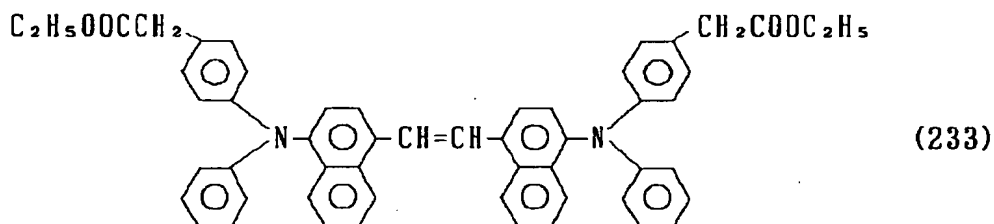
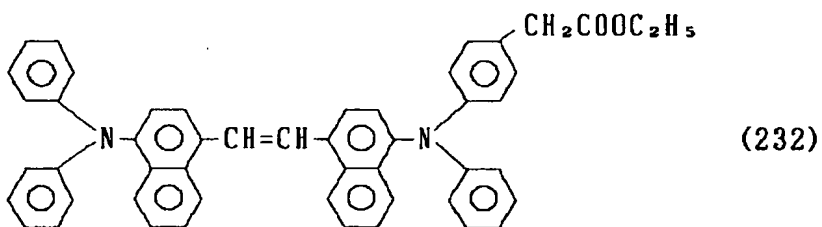
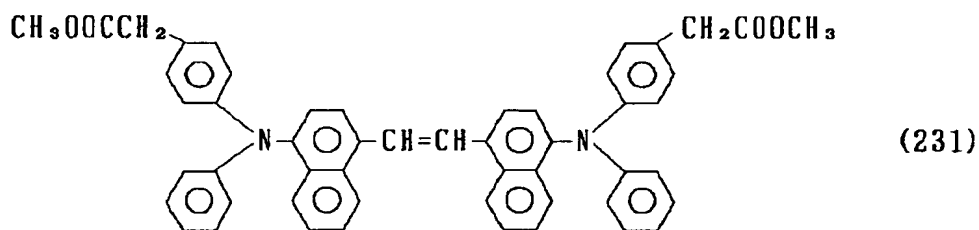
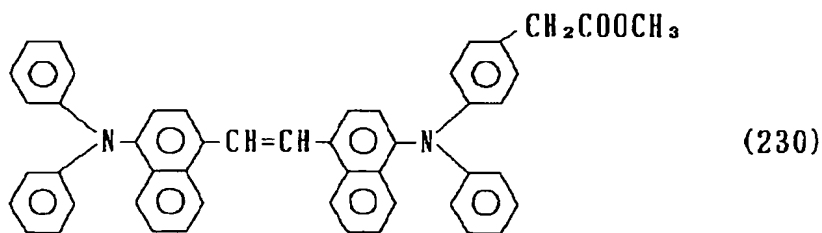


【0063】

【化56】

99

100



【0064】これらの化合物は、多くの溶剤に可溶であり、例えば、ベンゼン、トルエン、キシレン、テトラリン、クロロベンゼン等の芳香族系溶剤；ジクロロメタン、クロロホルム、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素等のハロゲン系溶剤；酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル、ギ酸メチル、ギ酸エチル等のエステル系溶剤；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン系溶剤；ジエチルエーテル、ジプロピルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル系溶剤；メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール系溶剤；ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド等に可溶である。

【0065】電子写真感光体を作製するにあたっては、例えば、導電性支持体上に電荷発生層及び電荷輸送層を薄膜状に形成せしめる。導電性支持体の基材としては、アルミニウム、ニッケル等の金属、金属蒸着高分子フィルム、金属ラミネート高分子フィルム等を用いることができ、ドラム状、シート状又はベルト状の形態で導電性

支持体を形成する。

【0066】電荷発生層は、電荷発生材及び必要に応じて結合剤、添加剤よりなり、蒸着法、プラズマCVD法、塗工法等の方法で作製することができる。電荷発生材としては、特に限定されることはなく、照射される特定の波長の光を吸収し、効率より電荷を発生し得るものなら有機材料、無機材料のいずれも好適に使用することができるが、無機材料の場合は前記の如く、公害の問題や経済性に問題があるため、かかる観点において有機材料を用いることが好ましい。有機電荷発生材としては、例えばベリレン顔料、多環キノン系顔料、無金属フタロシアニン顔料、金属フタロシアニン顔料、ビスアゾ顔料、トリスアゾ顔料、チアピリリウム塩、スクエアリウム塩、アズレニウム顔料等が挙げられ、これらは主として結合剤中に分散せしめ、塗工により電荷発生層を形成することができる。無機電荷発生材としては、セレン、セレン合金、硫化カドミウム、酸化亜鉛、アモルファスシリコン、アモルファスシリコンカーバイド等が挙げられる。形成された電荷発生層の膜厚は 0.1乃至 2.0 $\mu$ m

が好ましく、更に好ましくは 0.1 乃至 1.0  $\mu\text{m}$  である。

【0067】次に該電荷発生層の上部に、本発明にかかわるトリアリールアミン系化合物を含む電荷輸送層を薄膜状に形成せしめる。薄膜形成法としては、おもに塗工法が用いられ、本発明にかかわるトリアリールアミン系化合物を、必要に応じて結合剤とともに溶剤に溶解し、電荷発生層上に塗工せしめ、その後乾燥させればよい。用いられる溶剤としては、上記の化合物及び必要に応じて用いられる結合剤が溶解し、かつ電荷発生層が溶解しない溶剤なら特に限定されることはない。必要に応じて用いられる結合剤は、絶縁性樹脂なら特に限定されることはなく、例えばポリカーボネート、ポリアリレート、ポリエステル、ポリアミド等の縮合系重合体；ポリエチレン、ポリスチレン、スチレン-アクリル共重合体；ポリアクリレート、ポリメタクリレート、ポリビニルブチラール、ポリアクリロニトリル、ポリアクリルアミド、アクリロニトリル-ブタジエン共重合体、ポリ塩化ビニル、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体等の付加重合体；ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、シリコン樹脂等が適宜用いられ、一種もしくは二種以上のものを混合して用いることができる。上記結合剤の使用量は、本発明にかかわるトリアリールアミン系化合物に対して 0.1 乃至 3 重量比であり、好ましくは 0.1 乃至 2 重量比である。結合剤の量がこれよりも大であると、電荷輸送層における電荷輸送材濃度が小さくなり、感度が悪くなる。

【0068】また本発明においては、必要に応じて前記の公知の電荷輸送材を組み合わせて用いることもできる。電荷輸送層の塗工手段は特に限定されることはなく、例えばディップコーター、バーコーター、カレンダーコーター、グラビアコーター、スピンコーター等を適宜使用することができ、また、電着塗装することも可能である。このようにして形成された電荷輸送層の膜厚は 10 乃至 50  $\mu\text{m}$  が好ましく、更に好ましくは 10 乃至 30  $\mu\text{m}$  である。膜厚が 50  $\mu\text{m}$  よりも大であると電荷の輸送により多くの時間を要するようになり、また電荷が捕獲される確率も大となり感度低下の原因となる。一方、10  $\mu\text{m}$  より小であると機械的強度が低下し、感光体の寿命が短いものとなり好ましくない。

【0069】以上の如くにして本発明にかかわるトリアリールアミン系化合物を電荷輸送層に含む電子写真感光体を作製することができる。この電子写真感光体においては、電荷発生層と電荷輸送層の接着性は優れており、セロハンテープ剥離試験において、剥離することは全く無かった。また、さらに本発明においては、導電性支持体と電荷発生層の間に必要に応じて接着層、下引き層、バリアー層等を設けることもできる。

【0070】こうして得られた電子写真感光体の使用に際しては、まず感光体表面をコロナ帯電器等により負に帯電せしめる。帯電後、露光されることにより電荷発生層内で電荷が発生し、正電荷が電荷輸送層内に注入さ

れ、これが電荷輸送層中を通して表面にまで輸送され、表面の負電荷が中和される。一方、露光されなかった部分には負電荷が残ることになる。正規現像の場合、正帯電トナーが用いられ、この負電荷が残った部分にトナーが付着し現像されることになる。反転現像の場合には、負帯電トナーが用いられ、電荷が中和された部分にトナーが付着し現像されることになる。本発明における電子写真感光体はいずれの現像方法においても使用可能であり、高画質を与えることができる。また、繰り返し使用時に電荷輸送材が結晶化することは全く無く、電荷発生層と電荷輸送層が剥離することも認められない。更に残留電位の上昇は全く観察されず、高感度、高耐久性を示すことができる。また本発明においては、導電性支持体上にまず電荷輸送層を設け、その上に電荷発生層を設けて電子写真感光体を作製することもできる。この場合には、まず感光体表面を正に帯電せしめ、露光後、発生した負電荷は感光体の表面電荷を中和し、正電荷は電荷輸送層を通して導電性支持体に輸送されることになる。

【0071】

【実施例】以下、実施例、比較例により本発明を具体的に例示するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0072】合成例 1

n-ブチル 4-ジフェニルアミノフェニルアセテート (例示化合物(10)) の合成

攪拌装置、冷却管、窒素導入管、滴下漏斗を備えつけた 500ml 4 ツ口フラスコにマグネシウム金属 2.9 g (0.12 mol) を入れ、窒素置換を行った。ついで乾燥ジエチルエーテル 300 ml を入れ、攪拌を開始した。そこへ、4-クロロメチルトリフェニルアミン 29.3 g (0.1 mol) のジエチルエーテル溶液 100 ml をゆっくり滴下した。約 10ml 滴下したところでゆるやかに還流が始まった。還流させながら、さらにジエチルエーテル溶液の滴下を続け、滴下終了後、さらに 1 時間還流を行った。以上のようにして得られたグリニャール試薬溶液を室温にまで戻し、次にそこへ氷冷下、ドライアイス 13 g をゆっくり加えた。全てのドライアイスを加えた後、反応混合物を 2 時間室温で攪拌し反応を熟成した。その後、水 100 ml を氷冷下滴下し加水分解を行った。生じた塊を 0.1N 塩酸溶液を加えて溶解した。次にエーテル層を抽出し飽和炭酸水素ナトリウム水溶液で 2 回、水で 2 回洗浄し、次いで無水硫酸ナトリウムで乾燥した。乾燥後、ジエチルエーテルを留去し白色固体を得た。該白色固体をエタノールで再結晶し、4-ジフェニルアミノフェニル酢酸 24.9 g (収率 81%) を得た。次に、この 4-ジフェニルアミノフェニル酢酸 24.9 g (0.081 mol) を n-ブタノール 500 ml に加熱溶解し、硫酸 2 ml を加えて 5 時間還流を行った。その後、室温に戻し、反応混合物を水 2 リットルに注いだ。得られた白色固体を濾過し、乾燥した。この白色固体をシリカゲルカラムにより精製し、目的物である n-ブチ

ル 4-ジフェニルアミノフェニルアセテートを21.5 g (74%) 得た。

【0073】

Rf=0.6 (酢酸エチル/n-ヘキサン=1/3)

融点: 124.2 ~ 125.1 °C

合成例 2

トリアリールアミン系化合物(例示化合物(64))の合成  
 攪拌装置、冷却管、窒素導入管、滴下漏斗を備えつけた  
 500 ml 4 ツ口フラスコにマグネシウム金属2.9 g (0.12  
 mol)を入れ、窒素置換を行った。ついで乾燥ジエチルエ  
 ーテル300 mlを入れ、攪拌を開始した。そこへ、ビス  
 [4-(クロロメチルフェニル)フェニル]-p-フェ  
 ニレンジアミン50.9 g (0.1 mol) のジエチルエーテル溶  
 液100 mlをゆっくり滴下した。約10ml滴下したところで  
 ゆるやかに還流が始まった。還流させながら、さらにジ  
 エチルエーテル溶液の滴下を続け、滴下終了後、さらに  
 1時間還流を行った。以上のようにして得られたグリニ  
 ャール試薬溶液を室温にまで戻し、次にそこへ氷冷下、  
 ドライアイス13 gをゆっくり加えた。全てのドライアイ  
 スを加えた後、反応混合物を2時間室温で攪拌し反応を  
 熟成した。その後、水100mlを氷冷下滴下し加水分解を  
 行った。生じた塊を0.1 N塩酸溶液を加えて溶解した。  
 次にエーテル層を抽出し飽和炭酸水素ナトリウム水溶液  
 で2回、水で2回洗浄し、次いで無水硫酸ナトリウムで  
 乾燥した。乾燥後、ジエチルエーテルを留去し白色固体  
 を得た。該白色固体をエタノールで再結晶し、ビスカル  
 ボン酸誘導体42.2 g (収率83%)を得た。次に、このビス  
 カルボン酸誘導体42.2 g (0.083mol)をn-ブタノール  
 500 mlに加熱溶解し、硫酸2 mlを加えて5時間還流を  
 行った。その後、室温に戻し、反応混合物を水2リット  
 ルに注いだ。得られた白色固体を濾過し、乾燥した。こ  
 の白色固体をシリカゲルカラムにより精製し、目的物で  
 あるトリアリールアミン系化合物(例示化合物(64))を  
 48.3 g (91%)得た。

【0074】

Rf=0.7 (酢酸エチル/n-ヘキサン=1/3)

融点: 128.8 ~ 129.6 °C

合成例 3

トリアリールアミン系化合物(例示化合物(102))の合成  
 攪拌装置、冷却管、窒素導入管、滴下漏斗を備えつけた  
 500 ml 4 ツ口フラスコにマグネシウム金属2.9 g (0.12  
 mol)を入れ、窒素置換を行った。ついで乾燥ジエチルエ  
 ーテル300 mlを入れ、攪拌を開始した。そこへ、ビス-  
 4,4'-[(p-クロロメチルフェニル)フェニルアミ  
 ノ]ビフェニル58.5 g (0.1 mol) のジエチルエーテル溶  
 液100 mlをゆっくり滴下した。約10ml滴下したところで  
 ゆるやかに還流が始まった。還流させながら、さらにジ  
 エチルエーテル溶液の滴下を続け、滴下終了後、さらに  
 1時間還流を行った。以上のようにして得られたグリニ  
 ャール試薬溶液を室温にまで戻し、次にそこへ氷冷下、

ドライアイス13 gをゆっくり加えた。全てのドライアイ  
 スを加えた後、反応混合物を2時間室温で攪拌し反応を  
 熟成した。その後、水100mlを氷冷下滴下し加水分解を  
 行った。生じた塊を0.1 N塩酸溶液を加えて溶解し  
 た。次にエーテル層を抽出し飽和炭酸水素ナトリウム水  
 溶液で2回、水で2回洗浄し、次いで無水硫酸ナトリウ  
 ムで乾燥した。乾燥後、ジエチルエーテルを留去し白色  
 固体を得た。該白色固体をエタノールで再結晶し、ビス  
 カルボン酸誘導体48.6 g (収率76%)を得た。次に、  
 このビスカルボン酸誘導体48.6 g (0.076mol)をn-  
 ブタノール500 mlに加熱溶解し、硫酸2 mlを加えて5  
 時間還流を行った。その後、室温に戻し、反応混合物を  
 水2リットルに注いだ。得られた白色固体を濾過し、乾  
 燥した。この白色固体をシリカゲルカラムにより精製  
 し、目的物であるトリアリールアミン系化合物(例示化  
 合物(102))を44.1 g (81%)得た。

【0075】

Rf=0.5 (酢酸エチル/n-ヘキサン=1/2)

融点: 145.2 ~ 146.6 °C

合成例 4

トリアリールアミン系化合物(例示化合物(216))の合成  
 攪拌装置、冷却管、窒素導入管、滴下漏斗を備えつけた  
 500 ml 4 ツ口フラスコにマグネシウム金属2.9 g (0.12  
 mol)を入れ、窒素置換を行った。ついで乾燥ジエチルエ  
 ーテル300 mlを入れ、攪拌を開始した。そこへ、ビス-  
 4,4'-[(p-クロロメチルフェニル)フェニルアミ  
 ノ]スチルベン61.1 g (0.1 mol) のジエチルエーテル溶  
 液100 mlをゆっくり滴下した。約10ml滴下したところで  
 ゆるやかに還流が始まった。還流させながら、さらにジ  
 エチルエーテル溶液の滴下を続け、滴下終了後、さらに  
 1時間還流を行った。以上のようにして得られたグリニ  
 ャール試薬溶液を室温にまで戻し、次にそこへ氷冷下、  
 ドライアイス13 gをゆっくり加えた。全てのドライアイ  
 スを加えた後、反応混合物を2時間室温で攪拌し反応を  
 熟成した。その後、水100mlを氷冷下滴下し加水分解を  
 行った。生じた塊を0.1 N塩酸溶液を加えて溶解した。  
 次にエーテル層を抽出し飽和炭酸水素ナトリウム水溶液  
 で2回、水で2回洗浄し、次いで無水硫酸ナトリウムで  
 乾燥した。乾燥後、ジエチルエーテルを留去し白色固体  
 を得た。該白色固体をエタノールで再結晶し、ビスカル  
 ボン酸誘導体46.6 g (収率74%)を得た。次に、このビス  
 カルボン酸誘導体46.6 g (0.074mol)をn-ブタノール  
 500 mlに加熱溶解し、硫酸2 mlを加えて5時間還流を  
 行った。その後、室温に戻し、反応混合物を水2リット  
 ルに注いだ。得られた白色固体を濾過し、乾燥した。こ  
 の白色固体をシリカゲルカラムにより精製し、目的物で  
 あるトリアリールアミン系化合物(例示化合物  
 (216))を45.6 g (83%)得た。

【0076】

Rf=0.5 (酢酸エチル/n-ヘキサン=1/2)

融点：165.9～166.3℃

#### 実施例1

X型無金属フタロシアニン5g、ブチラール樹脂（エスレックBM-2、積水化学(株)製）5gをシクロヘキサノン90mlに溶解し、ボールミル中で24時間混練した。得られた分散液をアルミ板上にバーコーターにて乾燥後の膜厚が0.15 $\mu$ mになるように塗布し、乾燥させ、電荷発生層を形成した。次に合成例1により得られたトリアリールアミン系化合物（例示化合物(10)）5g、ポリカーボネート樹脂（レキサン131-111、エンジニアリング 10 プラスチックス(株)製）5gをジオキサン90mlに溶解し、これを先に形成した電荷発生層上にブレードコーターにて乾燥後の膜厚が25 $\mu$ mになるように塗布して乾燥させ、電荷輸送層を形成した。

【0077】このようにして作製した電子写真感光体について、JIS Z 1522に準じてセロハンテープ剥離試験を行ったところ、全く剥がれることはなかった。次に全く同様の方法で作製した電子写真感光体を（株）川口電気製作所製、静電複写紙試験装置EPA-8100を用いて、

－5.5kVのコロナ電圧で帯電させたところ、初期表面電位 $V_0$ は－760Vであった。暗所にて2秒放置後の表面電位 $V_2$ は－740Vとなった。次いで発振波長790nmの半導体レーザーを照射し、半減露光量 $E_{1/2}$ を求めたところ、0.33 $\mu$ J/cm<sup>2</sup>であり、残留電位 $V_R$ は－0.3Vであった。次に、5000回上記操作を繰り返した後、 $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ を測定したところ、それぞれ－750V、－730V、0.33 $\mu$ J/cm<sup>2</sup>、－1.3Vであり、また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認めなかった。従って、感光体の性能は殆ど衰えておらず、高い耐久性を示すことがわかった。

#### 【0078】実施例2～10

電荷輸送材として、それぞれ表1に示した化合物番号のものを用いる以外は実施例1と同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結果を表1に示したが、実施例1と同様の結果であり、セロハンテープ剥離試験においても全く剥がれることはなかった。

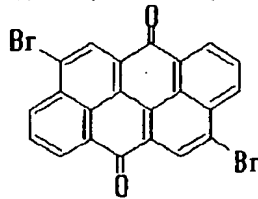
#### 【0079】

【表1】

		電荷輸送材	感 光 体 特 性				
				V <sub>0</sub> (V)	V <sub>2</sub> (V)	E <sub>1/2</sub> (μJ/cm <sup>2</sup> )	V <sub>R</sub> (V)
実  							

## 【0080】実施例11

実施例1において、X型無金属フタロシアニンの代わりに下記式(234)に示すジブロモアントアントロンを電荷発生材として用いる以外は全く同様にして感光体を作製し、また照射光源として790 nmの半導体レーザーの代わりに照度5 luxのハロゲンランプを用いる以外は全く同様にして性能評価を行った。その結果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-730 V、-710 V、1.2



(234)

## 【0082】実施例12~18

電荷輸送材として、それぞれ表2に示した化合物番号のものを用いる以外は実施例11と同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結果を表2に示したが、

lux·sec、-0.5Vであり、5000回後の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-720 V、-700 V、1.2 lux·sec、-0.9Vであり、また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認めなかった。従って、感光体としての性能は優れており、高い耐久性を示すことがわかった。

【0081】

【化57】

実施例11と同様の結果であった。

【0083】

【表2】

			電荷輸送材	感光体特性			
				$V_0$ (V)	$V_2$ (V)	$E_{1/2}$ (lux·sec)	$V_R$ (V)
実 施 例	12	(7)	初 回	-740	-730	1.2	-0.3
			5000回後	-730	-720	1.2	-1.0
	13	(9)	初 回	-750	-740	1.3	0
			5000回後	-740	-720	1.3	-0.5
	14	(13)	初 回	-740	-720	1.1	-0.1
			5000回後	-730	-710	1.2	-0.8
	15	(15)	初 回	-750	-740	1.2	0
			5000回後	-740	-720	1.2	-0.3
	16	(22)	初 回	-760	-750	1.2	-0.4
			5000回後	-750	-730	1.2	-1.2
	17	(27)	初 回	-770	-750	1.4	-0.7
			5000回後	-770	-740	1.4	-1.6
	18	(42)	初 回	-720	-700	1.1	0
			5000回後	-720	-700	1.2	-0.8

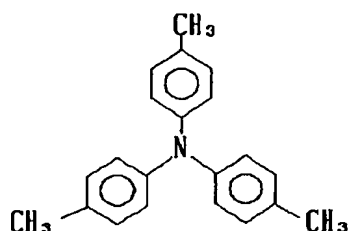
## 【0084】比較例1

実施例1において、化合物(10)で表されるトリアリールアミン系化合物の代わりに下式(235)で示されるトリアリールアミン系化合物を用いる以外は全く同様にして感光体を作製した。しかし、1日25℃暗所にて保存したところトリアリールアミン系化合物の結晶が析出してき

初期の表面電位 $V_0$ は-770 Vであった。暗所にて2秒放置後の表面電位 $V_2$ は-760 Vとなった。次いで、発振波長790 nmの半導体レーザーを照射し、半減露光量 $E_{1/2}$ を求めたところ、 $0.43 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ であり、残留電位 $V_R$ は-56.8Vであった。次に5000回上記操作を繰り返した後、 $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ を測定したところ、それぞれ-770V、-750V、 $0.67 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、-120.3 Vであり、感光体の感度、耐久性ともに劣るものであった。

【0085】

【化58】



(235)

## 【0086】実施例19

合成例1により得られたトリアリールアミン系化合物の代わりに合成例2で得られたトリアリールアミン系化合物（例示化合物(64)）を用いる以外は実施例1と同様にして感光体を作製した。このようにして作製した電子写真感光体について、JIS Z 1522に準じてセロハンテープ剥離試験を行ったところ、全く剥がれることはなかった。次に実施例1と同様に性能評価を行った結果、初期の  $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$  はそれぞれ  $-720$  V、 $-710$  V、 $0.28 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、 $-0.2$  Vであり、5000回後の  $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$  はそれぞれ  $-710$  V、 $-700$  V、 $0.28 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、 $-0.7$  Vであった。また感光体の作

製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認めなかった。従って、感光体としての性能は優れており、高い耐久性を示すことがわかった。

## 【0087】実施例20～28

電荷輸送材として、それぞれ表3に示した化合物番号のものを用いる以外は実施例19と同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結果を表3に示したが、実施例19と同様の結果であり、セロハンテープ剥離試験においても全く剥がれることはなかった。

## 【0088】

## 【表3】

cm<sup>2</sup>、 $-0.7$  Vであった。また感光体の作

		電荷輸送材	感 光 体 特 性				
			$V_0$ (V)	$V_2$ (V)	$E_{1/2}$ ( $\mu\text{J}/\text{cm}^2$ )	$V_R$ (V)	
実 施 例	20	(45)	初 回	-730	-710	0.26	0
			5000回後	-730	-700	0.26	-0.3
	21	(48)	初 回	-740	-730	0.25	-0.1
			5000回後	-730	-710	0.25	-0.5
	22	(53)	初 回	-710	-690	0.23	0
			5000回後	-700	-690	0.24	-0.4
	23	(56)	初 回	-730	-720	0.25	-0.5
			5000回後	-730	-710	0.25	-1.0
	24	(62)	初 回	-720	-700	0.24	-0.3
			5000回後	-720	-690	0.24	-1.0
	25	(64)	初 回	-730	-720	0.25	-0.7
			5000回後	-720	-700	0.25	-1.3
	26	(69)	初 回	-700	-690	0.26	-0.1
			5000回後	-690	-670	0.26	-0.7
	27	(73)	初 回	-730	-710	0.24	-0.3
			5000回後	-720	-700	0.25	-1.2
	28	(78)	初 回	-720	-710	0.25	-0.4
			5000回後	-710	-690	0.26	-0.9

## 【0089】実施例29

合成例1により得られたトリアリールアミン系化合物の代わりに合成例2で得られたトリアリールアミン系化合物(例示化合物(64))を用いる以外は実施例1と同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-760 V、-750 V、 $1.1 \text{ lux} \cdot \text{sec}$ 、-0.3 Vであり、5000回後の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-740 V、-730 V、 $1.1 \text{ lux} \cdot \text{sec}$ 、-0.7 Vであり、また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認めな

10

かった。従って、感光体としての性能は優れており、高い耐久性を示すことがわかった。

## 【0090】実施例30~36

電荷輸送材として、それぞれ表4に示した化合物番号のものを用いる以外は実施例29と同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結果を表4に示したが、実施例29と同様の結果であった。

## 【0091】

## 【表4】

試験の終了まで結晶の析出を全く認めな

		電荷輸送材	感 光 体 特 性				
			$V_0$ (V)	$V_2$ (V)	$E_{1/2}$ (lux・sec)	$V_R$ (V)	
実          施          例	30	(44)	初 回	-700	-690	1.0	-0.3
			5000回後	-690	-680	1.0	-1.1
	31	(52)	初 回	-730	-710	1.1	-0.4
			5000回後	-720	-700	1.1	-0.8
	32	(57)	初 回	-720	-700	1.0	-0.2
			5000回後	-710	-690	1.1	-1.0
	33	(63)	初 回	-740	-720	1.1	-0.3
			5000回後	-730	-720	1.1	-0.8
	34	(66)	初 回	-720	-700	1.0	-0.2
			5000回後	-710	-690	1.1	-0.8
	35	(75)	初 回	-760	-750	1.3	-0.9
			5000回後	-750	-740	1.4	-1.8
36	(79)	初 回	-730	-720	0.9	0	
		5000回後	-720	-700	0.9	-0.3	

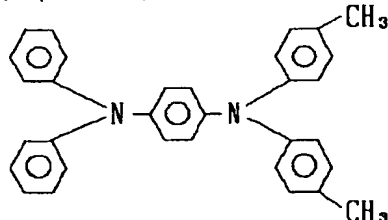
## 【0092】比較例2

実施例19において、化合物(64)で表されるトリアリールアミン系化合物の代わりに下式(236)で示されるトリアリールアミン系化合物を用いる以外は全く同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-760

V、-740 V、 $0.38 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、-38.8 Vであり、5000回後の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-750 V、-740 V、 $0.64 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、-81.6 Vであり、感光体の感度、耐久性ともに劣るものであった。

## 【0093】

## 【化59】



(236)

## 【0094】実施例37

合成例1により得られたトリアリールアミン系化合物の代わりに合成例3で得られたトリアリールアミン系化合

50

物(例示化合物(102))を用いる以外は実施例1と同様にして感光体を作製した。このようにして作製した電子写真感光体について、JIS Z 1522に準じてセロハンテープ

剥離試験を行ったところ、全く剥がれることはなかった。次に実施例1と同様に性能評価を行った結果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-700 V、-690 V、 $0.25 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、-0.1 Vであり、5000回後の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-690 V、-680 V、 $0.25 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、-0.3 Vであった。また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認めなかった。従って、感光体としての性能は優れており、高い耐久性を示すことがわかった。

## 【0095】実施例38～46

電荷輸送材として、それぞれ表5に示した化合物番号のものを用いる以外は実施例37と同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結果を表5に示したが、実施例37と同様の結果であり、セロハンテープ剥離試験においても全く剥がれることはなかった。

## 【0096】

## 【表5】

		電荷輸送材		感 光 体 特 性			
				$V_0$ (V)	$V_2$ (V)	$E_{1/2}$ ( $\mu\text{J}/\text{cm}^2$ )	$V_R$ (V)
実 施 例	38	(82)	初 回	-690	-680	0.24	0
			5000回後	-680	-670	0.25	-0.2
	39	(86)	初 回	-700	-690	0.25	-0.1
			5000回後	-690	-680	0.25	-0.5
	40	(91)	初 回	-680	-660	0.25	0
			5000回後	-670	-660	0.25	-0.3
	41	(94)	初 回	-700	-690	0.25	-0.1
			5000回後	-690	-680	0.25	-0.5
	42	(101)	初 回	-720	-710	0.24	-0.3
			5000回後	-720	-700	0.25	-0.6
	43	(104)	初 回	-700	-680	0.23	-0.1
			5000回後	-690	-670	0.23	-0.5
44	(108)	初 回	-720	-710	0.25	-0.3	
		5000回後	-710	-690	0.25	-1.0	
45	(113)	初 回	-730	-720	0.28	-0.6	
		5000回後	-720	-710	0.28	-1.8	
46	(119)	初 回	-700	-690	0.23	0	
		5000回後	-690	-670	0.23	-0.2	

## 【0097】実施例47

合成例1により得られたトリアリールアミン系化合物の代わりに合成例3で得られたトリアリールアミン系化合物（例示化合物（102））を用いる以外は実施例11と同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-700 V、-680 V、 $1.0 \text{ lux} \cdot \text{sec}$ 、-0.3 Vであり、5000回後の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-690 V、-670 V、 $1.0 \text{ lux} \cdot \text{sec}$ 、-0.8 Vであり、また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認

めなかった。従って、感光体としての性能は優れており、高い耐久性を示すことがわかった。

## 【0098】実施例48～54

電荷輸送材として、それぞれ表6に示した化合物番号のものを用いる以外は実施例47と同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結果を表6に示したが、実施例47と同様の結果であった。

## 【0099】

## 【表6】

		電荷輸送材		感 光 体 特 性			
				$V_0$ (V)	$V_2$ (V)	$E_{1/2}$ (lux·sec)	$V_R$ (V)
実   <							

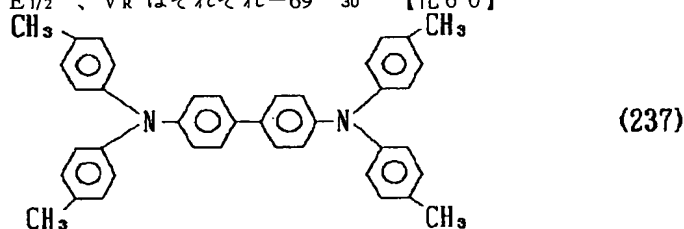
## 【0100】比較例3

実施例37において、化合物(102)で表されるトリアリールアミン系化合物の代わりに下式(237)で示されるトリアリールアミン系化合物を用いる以外は全く同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-69

0 V、-670 V、 $0.30 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、-42.3 Vであり、5000回後の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-680 V、-670 V、 $0.31 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、-93.6 Vであり、感光体の感度、耐久性ともに劣るものであった。

## 【0101】

## 【化60】



## 【0102】実施例55

合成例1により得られたトリアリールアミン系化合物の代わりに合成例4で得られたトリアリールアミン系化合物(例示化合物(216))を用いる以外は実施例1と同様にして感光体を作製した。このようにして作製した電子写真感光体について、JIS Z 1522に準じてセロハンテープ剥離試験を行ったところ、全く剥がれることはなかった。次に実施例1と同様に性能評価を行った結果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-770 V、-760 V、 $0.20 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、-0 Vであり、5000回後の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-760 V、-750 V、 $0.20 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、-0.3 Vであった。また感光体の作製後、試

験の終了まで結晶の析出を全く認めなかった。従って、感光体としての性能は優れており、高い耐久性を示すことがわかった。

## 【0103】実施例56～71

電荷輸送材として、それぞれ表7及び表8に示した化合物番号のものを用いる以外は実施例55と同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結果を表7及び表8に示したが、実施例55と同様の結果であり、セロハンテープ剥離試験においても全く剥がれることはなかった。

## 【0104】

## 【表7】

		電荷輸送材		感 光 体 特 性			
				$V_0$ (V)	$V_2$ (V)	$E$ ( $\mu\text{J}/\text{cm}^2$ )	$V_F$ (V)
実 施 例	56	(121)	初 回	-770	-760	0.30	-0.1
			5000回後	-760	-750	0.30	-0.9
	57	(132)	初 回	-780	-760	0.32	-0.3
			5000回後	-770	-750	0.32	-0.9
	58	(139)	初 回	-760	-750	0.31	-0.3
			5000回後	-750	-740	0.32	-1.0
	59	(144)	初 回	-750	-730	0.31	-0.4
			5000回後	-740	-720	0.31	-1.2
	60	(145)	初 回	-740	-730	0.29	-0.1
			5000回後	-730	-720	0.30	-0.8
	61	(151)	初 回	-730	-720	0.28	-0.3
			5000回後	-720	-710	0.29	-1.0
	62	(154)	初 回	-750	-730	0.28	-0.5
			5000回後	-740	-730	0.28	-1.3
	63	(161)	初 回	-720	-710	0.27	0
			5000回後	-710	-700	0.28	-0.5
	64	(167)	初 回	-730	-710	0.26	0
			5000回後	-720	-710	0.27	-0.6

		電荷輸送材	感 光 体 特 性				
			$V_0$ (V)	$V_2$ (V)	$E_{1/2}$ ( $\mu\text{J}/\text{cm}^2$ )	$V_R$ (V)	
実   <							

## 【0106】実施例72

合成例1により得られたトリアリールアミン系化合物の代わりに合成例4で得られたトリアリールアミン系化合物（例示化合物（216））を用いる以外は実施例11と同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-760 V、-740 V、0.9 lux·sec、-0.3 Vであり、5000回後の $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$ はそれぞれ-750 V、-720 V、0.9 lux·sec、-0.8 Vであり、また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認

めなかった。従って、感光体としての性能は優れており、高い耐久性を示すことがわかった。

## 【0107】実施例73～80

電荷輸送材として、それぞれ表9に示した化合物番号のものを用いる以外は実施例72と同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結果を表9に示したが、実施例72と同様の結果であった。

## 【0108】

## 【表9】

		電荷輸送材		感 光 体 特 性			
				$V_0$ (V)	$V_2$ (V)	$E_{1/2}$ (lux · sec)	$V_R$ (V)
実          施          例	73	(124)	初 回	-750	-730	1.2	-0.3
			5000回後	-740	-720	1.2	-0.8
	74	(133)	初 回	-740	-730	1.1	-0.5
			5000回後	-730	-710	1.2	-1.4
	75	(145)	初 回	-720	-700	1.2	-0.7
			5000回後	-710	-690	1.2	-1.2
	76	(162)	初 回	-730	-710	1.0	-0.2
			5000回後	-720	-700	1.0	-0.8
	77	(183)	初 回	-740	-710	1.0	-0.1
			5000回後	-730	-720	1.1	-0.8
	78	(197)	初 回	-720	-690	0.8	0
			5000回後	-710	-690	0.9	-0.1
	79	(220)	初 回	-720	-700	0.9	-0.3
			5000回後	-710	-690	0.9	-0.8
	80	(233)	初 回	-720	-710	1.0	-0.4
			5000回後	-720	-700	1.0	-0.9

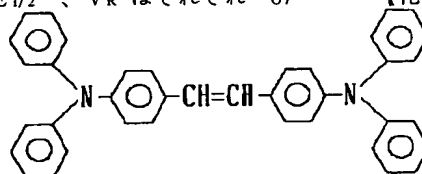
## 【0109】比較例 4

実施例 55 において、化合物(216) で表されるトリアリールアミン系化合物の代わりに下式(238) で示されるトリアリールアミン系化合物を用いる以外は全く同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の  $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$  はそれぞれ -67

0 V、-640 V、 $0.39 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、-53.3 V であり、5000 回後の  $V_0$ 、 $V_2$ 、 $E_{1/2}$ 、 $V_R$  はそれぞれ -570 V、-510 V、 $0.52 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ 、-144.6 V であり、感光体の感度、耐久性ともに劣るものであった。

【0110】

【化 61】



(238)